

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Vice Rončević

Zagreb, 2015.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD
ANALIZA MIKROSTRUKTURE I
MIKROTVRDOĆE SUSTAVA
PODLOGA/POVRŠINSKI SLOJ

Voditelj rada:

Prof.dr.sc Franjo Cajner

Student:

Vice Rončević

Zagreb, 2015.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći stečena znanja tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvala

Zahvaljujem svom profesoru i mentoru Franji Cajneru što mi je dao priliku da sudjelujem u važnom projektu u sklopu kojega je i nastao ovaj završni rad. Zahvaljujem mag.ing. Saši Kovačeviću na direktnoj pomoći prilikom izrade ovog rada kao i laborantu Ivanu Vovku.

Posebne zahvale želim uputiti svojoj obitelji, prijateljima i učiteljima između kojih se ne usudim raditi razliku niti ih nabrajati. Bez vas ne bih uspio niti bi imalo smisla. Na posljetku, hvala Bogu.

Vice Rončević



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum 8 -09- 2015	Prilog
Klasa: 602-04/15-6/3	
Ur.broj: 15-1703-15-371	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: VICE RONČEVIĆ

Mat. br.: 0108063684

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Analiza mikrostrukture i mikrotvrdoće sustava podloga/površinski sloj**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Analysis of the microstructure and microhardness of base/surface layer system**

Opis zadatka:

Inženjerstvo površina je znanstveno-tehnička disciplina koja se bavi proizvodnjom, ispitivanjem i primjenom površinskih slojeva. Različitim površinskim postupcima modificiranja i/ili prevlačenja postiže se različiti sustav podloga/površinski sloj s različitim svojstvima.

Na osnovi literaturnih izvora u radu treba opisati utjecaj podloge na površinski sloj. U eksperimentalnom dijelu rada treba analizirati mikrostrukturu i ispitati mikrotvrdoće različitih kombinacija podloge (plazma nitrirano) i površinskih slojeva (TiCN i TiBN) dobivenih PACVD postupkom.

Zadatak zadan:

25. studenog 2014.

Zadatak zadao:

Prof.dr.sc. Franjo Cajner

Rok predaje rada:

1. rok: 26. veljače 2015.

2. rok: 17. rujna 2015.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 2., 3., i 4. ožujka 2015.

2. rok: 21., 22., i 23. rujna 2015.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Zoran Kunica

Sadržaj

Sadržaj	I
Popis slika.....	III
Popis tablica.....	VI
Popis oznaka	VII
Popis jednadžbi.....	VIII
Sažetak	IX
1. Uvod	1
2. Teoretski dio rada.....	2
2.1 Osnovna toplinska obrada	2
2.1.1 Kaljenje.....	2
2.1.2 Popuštanje.....	4
2.3. Inženjerstvo površina.....	6
2.3.1 Postupci modificiranja površine	6
2.3.1.1 Nitriranje	7
<i>2.3.1.1.1 Plazmatsko nitriranje</i>	<i>9</i>
2.3.2 Postupci prevlačenja površine	10
2.3.2.1 Postupci prevlačenja u parnoj fazi	11
2.4 Utjecaj podloge na površinski sloj	13
2.4.1 Utjecaj toplinske obrade na svojstva površinskih slojeva.....	13
2.4.2 Utjecaj nitriranog sloja na svojstva prevlaka	15
2.5 Tvrdća	21
2.5.1 Metoda po Vickersu	21
3. Eksperimentalni dio rada	22
3.1 Uzorci.....	22
3.1.1 Osnovni materijali uzoraka.....	23
<i>3.1.1.1 Čelik RPU-ESU.....</i>	<i>23</i>
<i>3.1.1.2 Čelik Vidar 1 ESR.....</i>	<i>24</i>
<i>3.1.1.3 Čelik K 390 PM</i>	<i>25</i>
<i>3.1.1.4 Čelik K 110.....</i>	<i>26</i>

3.2 Uzorci za laboratorijska ispitivanja	26
3.3. Metalografska ispitivanja.....	29
3.3.1. Priprema uzoraka za metalografsko ispitivanje	29
3.3.2 Analiza mikrostrukture.....	35
3.4 Ispitivanja mikrotvrdoće.....	47
4. Zaključak.....	56
5. Literatura.....	57
6. Prilog.....	

Popis slika

Slika 1. Prikaz općenitog postupka kaljenja [1].....	2
Slika 2. Primjer TTS dijagrama [1].....	3
Slika 3. Izotermički TTT dijagram [1].....	4
Slika 4. Promjena svojstava tokom popuštanja [1].....	5
Slika 5. Dijagram popuštanja [1]	5
Slika 6. Modificiranje i prevlačenje površine [2].....	6
Slika 7. Fe-N dijagram [3]	7
Slika 8. Izgled nitriranog sloja [3]	8
Slika 9. Ispitivanje dubine nitriranja [3].....	9
Slika 10. Shema PACVD procesa [3].....	12
Slika 11. Rezultati ispitivanja lomne žilavosti i tvrdoće za različite temperature popuštanja čelika AISI H11 [6].....	14
Slika 12. Odnos faktora trenja površine za različite temperature popuštanja i austenitizacije [6]	14
Slika 13. Utjecaj toplinske obrade i uvjeta plazmatskog nitriranja na otpornost klizanju [6].....	15
Slika 14. Ovisnost %N u plinskoj atmosferi o faktoru kvalitete adhezije između prevlake i podloge [8].....	16
Slika 15. površine uzorka čelika AISI D2 za 40%N ₂ [8]	17
Slika 16. Ovisnost %N o debljini difuzijske zone [8].....	17
Slika 17. Grafički prikaz ovisnosti kritičnih opterećenja scratch testa o debljini nitriranog sloja [9]	18
Slika 18. Ovisnost faktora grebanja o duljini traga [9]	19
Slika 19. Vrijednosti koeficijenta trenja u ovisnosti o duljini klizanja klina za različite uzorke i klinove a)TiN – čelični klin, b)TiN – WC-Co klin, c) TiN + nitrirano – čelični klin, d)TiN + nitrirano – WC-Co klin [10]	19
Slika 20. Grafički prikaz gubitka mase klinova i uzoraka [10].....	20
Slika 21. Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku uzoraka [10].....	20
Slika 22. Metoda po Vickers-u [11].....	21
Slika 23. Dijagram popuštanja čelika RPU-ESU [13].....	23

Slika 24. Utjecaj temperature austenitizacije čelika Vidar 1 ESR na veličinu zrna, tvrdoću i udjel zaostalog austenita [14]	24
Slika 25. Dijagram popuštanja čelika K390 [15]	25
Slika 26. Dijagram popuštanja čelika K110 [16].....	26
Slika 27. Skica uzorka.....	27
Slika 28. Skica uzorka prije rezanja.....	29
Slika 29. Mikrorezalica.....	30
Slika 30. Oštrica i režno mjesto mikrorezalice.....	30
Slika 31. Hidraulička presa s grijačem.....	31
Slika 32. Metalogram [18].....	31
Slika 33. Brusilica za uzorke.....	33
Slika 34. Držač za uzorke na brusilici.....	33
Slika 35. Vodeno hlađenje rezne ploče.....	34
Slika 36. Rezne ploče.....	34
Slika 37. mikroskop <i>Olympus GX51F</i>	35
Slika 38. Sredina uzorka A1, nitrirano, povećanje 500x.....	36
Slika 39. Površina uzorka A1, nitrirano, povećanje 500x.....	36
Slika 40. Sredina uzorka A2, prevlaka TiCN, povećanje 500x.. ..	37
Slika 41. Površina uzorka A2, prevlaka TiCN, povećanje 500x... ..	37
Slika 42. Sredina uzorka A3, prevlaka TiBN, povećanje 500x.....	38
Slika 43. Površina uzorka A3, prevlaka TiBN, povećanje 500x.....	38
Slika 44. Sredina uzorka B1, nitrirano, povećanje 500x.....	39
Slika 45. Površina uzorka B1, nitrirano, povećanje 500x.....	39
Slika 46 Sredina uzorka B2, prevlaka TiCN, povećanje 500x.....	40
Slika 47. Površina uzorka B2, nitrirano, povećanje 500x.....	40
Slika 48. Sredina uzorka B3, prevlaka TiBN, povećanje 500x.....	41
Slika 49. Površina uzorka B3, prevlaka TiBN, povećanje 500x.....	41
Slika 50. Sredina uzorka C2, prevlaka TiCN, povećanje 500x.....	42

Slika 51. Površina uzorka C2, prevlaka TiCN, povećanje 500x...	42
Slika 52. Sredina uzorka C3, prevlaka TiBN, povećanje 500x....	43
Slika 53. Površina uzorka C3, prevlaka TiBN, povećanje 500x.....	43
Slika 54. Površina uzorka D1, nitrirano, povećanje 500x.....	44
Slika 55. Uzorak D1, prevlaka, povećanje 500x.....	44
Slika 56. Sredina uzorka D2, prevlaka TiCN, povećanje 500x.....	45
Slika 57. Površina uzorka D2, prevlaka TiCN, povećanje 500x.....	45
Slika 58. Sredina uzorka D3, prevlaka TiBN, povećanje 500x.....	46
Slika 59. Površina uzorka D3, prevlaka TiBN, povećanje 500x.....	46
Slika 60. Jedan niz otisaka.....	48
Slika 61. Uzimanje dimenzija otisku.....	49
Slika 62. Izgled jednog završenog mjerenja.....	49
Slika 63. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka A1 (nitrirano).....	50
Slika 64. Raspored mikrtotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka A2 (nitrirano + TiCN prevlaka)	51
Slika 65. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka A3(nitrirano + TiBN prevlaka)	51
Slika 66. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka B1 (nitrirano).....	52
Slika 67. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka B2 (nitrirano + TiCN prevlaka)	52
Slika 68. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka B3 (nitrirano + TiBN prevlaka)	53
Slika 69. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka C2 (TiCN prevlaka)	53
Slika 70. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka C3 (TiBN prevlaka)	54
Slika 71. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka D1 (nitrirano).....	54
Slika 72. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka D2 (nitrirano + TiCN prevlaka)	55
Slika 73. Raspored mikrotvrdoće po presjeku poprečnom uzorka D3 (nitrirano + TiBN prevlaka)	55

Popis tablica

Tablica 1. Čelik RPU-ESU.....	24
Tablica 2. Čelik Vidar 1 ESR.....	25
Tablica 3. Čelik K 390 PM.....	26
Tablica 4. Čelik K 110.....	27
Tablica 5. Uzorci s oznakama i stanjem površine.....	28
Tablica 6. Parametri toplinske i površinske obrade čelika RPU-ESU.....	28
Tablica 7. Parametri toplinske i površinske obrade čelika Vidar 1 ESR.....	29
Tablica 8. Parametri toplinske i površinske obrade čelika K 390.....	29
Tablica 9. Parametri toplinske i površinske obrade čelika K 110.....	29
Tablica 10. Parametri postupka brušenja [19]	33
Tablica 11. Parametri postupka poliranja [19]	33

Popis oznaka

F, N – Sila

d , mm– dijagonala piramide (otisak)

μ - faktor trenja

Popis jednadžbi

(1.1) tvrdoća.....

Sažetak

U ovom radu obrađen je utjecaj podloge na površinski sloj. U eksperimentalnom dijelu rada je analizirana mikrostruktura i ispitana mikrotvrdoća različitih kombinacija podloge i površinskih slojeva dobivenih PACVD postupkom. Rad je nastao na osnovi konkretnog ispitivanja uzoraka četiri čelika - dva alatna čelika za hladni i dva alatna čelika za topli rad. Dio uzoraka je samo plazmatski nitriran, dok je dio uzoraka nakon plazmatskog nitriranja prevučen TiCN i TiBN prevlakama. Ispitivanja su provedena u sklopu projekta ARISE na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Ključne riječi: podloga, površinski sloj, mikrostruktura, mikrotvrdoća, plazmatsko nitriranje, PACVD, nitrirani sloj, trošenje, mehanička svojstva

1. Uvod

Toplinska obrada materijala može zadovoljiti kombinaciju određenih svojstava do neke mjere, ali u svrhu daljnjeg povećanja radnog vijeka alata primjenjuju se postupci inženjerstva površina. Alat povoljnih svojstava osnovnog materijala i povoljnih svojstava površinskog sloja u stanju je izvršiti veći broj ciklusa prije nego se počnu pojavljivati oštećenja ili prije nego sam postane neupotrebljiv. Također, kada se uzme u obzir povećanje broja ciklusa naspram alata koji nije obrađen postupcima inženjerstva površina, takav alat je i daleko isplativiji.

2. Teorijski dio rada

Teoretska osnova nužna je za smislenu obradu i prezentaciju rezultata ispitivanja. U prvom dijelu rada biti će obrađena toplinska obrada čelika i njen utjecaj na prionjivost i svojstva prevlaka koje se na njih nanose. Naglasak će biti stavljen na toplinsku obradu i prevlačenje alatnih čelika. Također, biti će obrađeni postupci modificiranja površine kao predobrade prevlačenju sa ciljem poboljšanja svojstava prevlaka.

2.1 Osnovna toplinska obrada

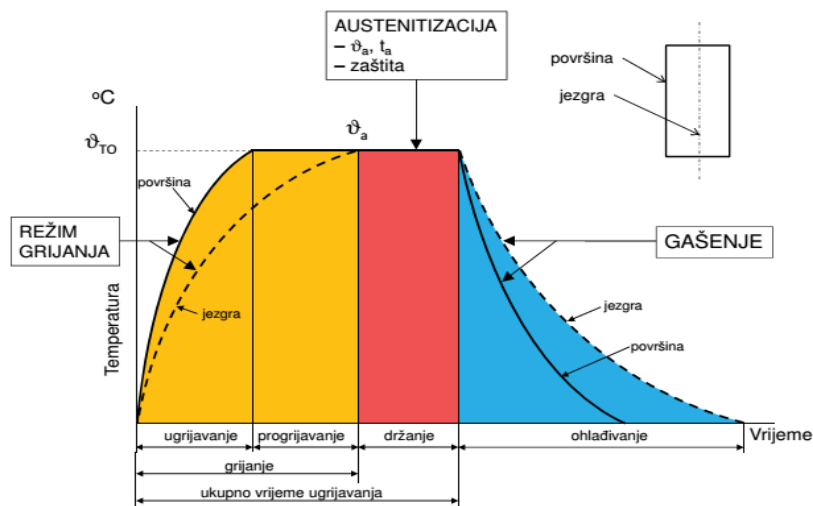
Na konačna svojstva čelika, utječe proces njegove obrade. U postupku proizvodnje nekog komada najčešći je pristup taj da se prvo lijeva, deformira i obrađuje odvajanjem čestica, a potom odlazi na toplinsku obradu. Slijedi fina obrada koja uključuje poliranje, elektroeroziju, brušenje i površinsku zaštitu.

Toplinska obrada je postupak (ili kombinacija postupaka) u kojemu se predmet namjerno podvrgava temperaturno-vremenskim ciklusima kako bi se postigla željena mikrostruktura, a time i željena svojstva. [1]

Toplinska obrada metala može se podijeliti na toplinsku obradu čitavog volumena i na površinsku obradu. Ovdje će se govoriti o osnovnoj toplinskoj obradi čitavog volumena.

2.1.1 Kaljenje

Kaljenje čelika je toplinska obrada kojom se postiže otvrdnuće čelika. Ono se sastoji od austenitizacije, tj. zagrijavanja čelika u austenitno područje i nadkritičnog ohlađivanja da se postigne pretvorba u martenzit.



Slika 1. Prikaz općenitog postupka kaljenja [1]

Iz slike 1. se vidi da se općenit postupak kaljenja sastoji od određivanja režima grijanja do temperature austenitizacije te određenog držanja na istoj (u slučaju čelika obrađenih u ovom radu držanje je dosta dugo kako bi se osigurala što veća topivost legiranih elemenata) te gašenja.

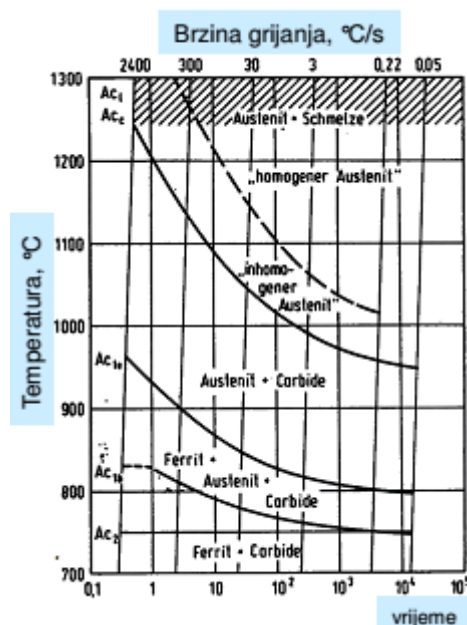
Prilikom određivanja režima grijanja potrebno je u obzir uzeti strukturna i toplinska naprezanja. Strukturna naprezanja ovise o kemijskom sastavu čelika i fazama koje će se pojavljivati na visokim temperaturama, a toplinska naprezanja ovise o vrsti materijala, debljini obradka, brzini grijanja i koef. prijelaza topline. U skladu s time razvijena su dva pristupa određivanja režima grijanja: analitički i numerički.

Alatni čelici imaju temperaturu austenitizacije od oko 780°C do 1200°C (pa i više) te se njihov režim grijanja uvijek sastoji od barem jednog ili više predgrijavanja. [1]

Pri dijelu procesa koji se odnosi na austenitizaciju čelika, nužno je odrediti sljedeće parametre: temperaturu austenitizacije, vrijeme držanja na temperaturi austenitizacije i zaštitu pri grijanju.

Temperatura austenitizacije određuje se za ugljične čelike iz Fe-Fe₃C dijagrama, a za legirane čelike iz pseudobinarnog Fe-Fe₃C dijagrama. Za visokolegirane podeutektične čelike vrijedi kriterij 0,6%C, tj. propisuje se temperatura austenitizacije koja će dati 0,6% C i istim legiranim elementima zbog dostizanja maksimalne topivosti ugljika u austenitu i otapanja karbida. [1]

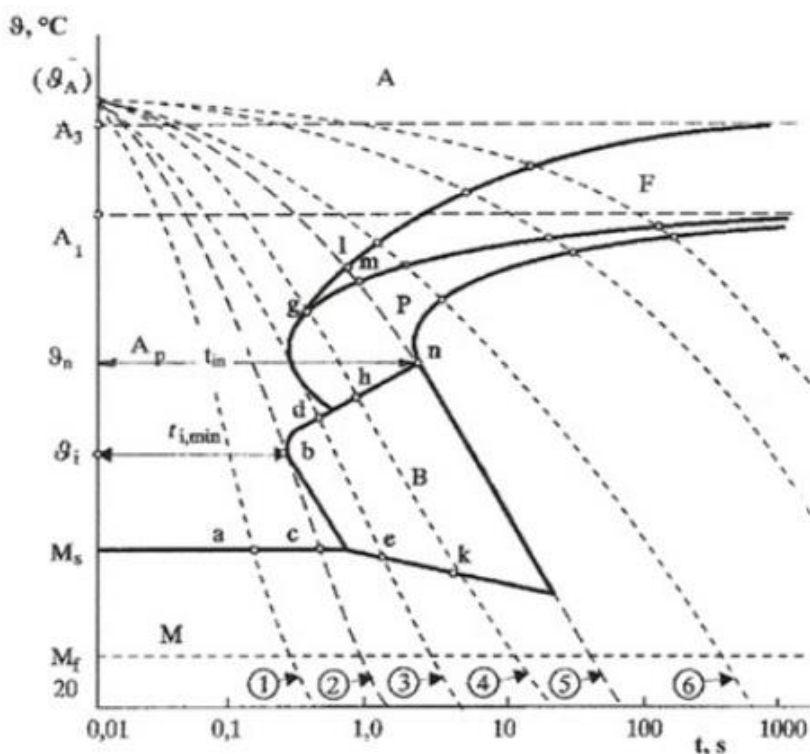
Vrijeme držanja na temperaturi austenitizacije je funkcija sastava i polazne mikrostrukture. Odrediti se može na osnovu izotermičkog TTS (Time – Temperature – Solution) dijagrama.



Slika 2. Primjer TTS dijagrama [1]

Zaštitne atmosfere mogu biti aktivne ili inertne, a razlikuje ih hoće li reagirati s površinom čelika. U novije vrijeme najviše se primjenjuje austenitizacija u vakuumskim pećima.

Iduće po redu u postupku kaljenja slijedi gašenje obradka. Svrha gašenja je postizanje određene mikrostrukture (u ovom slučaju M) bez pojave loma ili napuklina uz tolerantnu razinu zaostalih naprezanja i deformacija. Krivulja gašenja za željenu mikrostrukturu određuje se iz TTT dijagrama za kontinuirano ohlađivanje.



Slika 3. TTT dijagram za kontinuirano ohlađivanje [1]

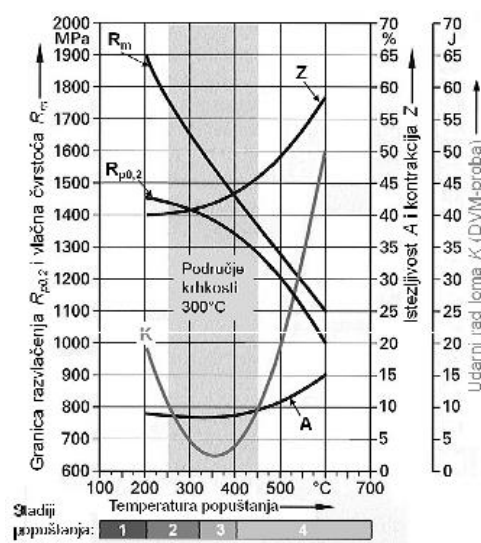
Kod alatnih visokolegiranih čelika, TTT dijagram bit će pomaknut udesno, tj. M područje će biti veće zbog utjecaja legiranih elemenata.

Kod alatnih čelika nailazi se na zaostali austenit pa je u sklopu procesa gašenja ponekad potrebno provesti postupak dubokog hlađenja, tj. ohlađivanja gašenog proizvoda na temperaturu ispod M_f i držanja na toj temperaturi. .

2.1.2 Popuštanje

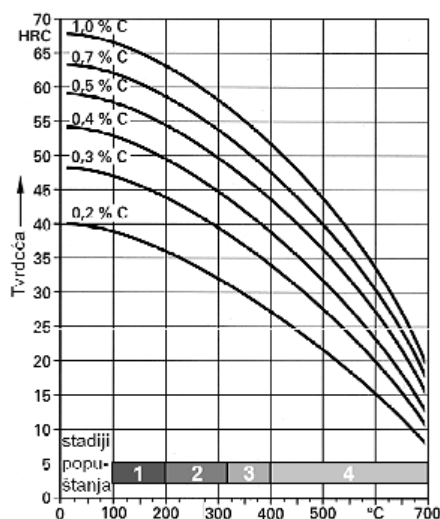
Popuštanje se u pravilu provodi odmah nakon kaljenja u svrhu postizanja veće žilavosti, duktilnosti i sniženja zaostalih naprezanja. Kaljeni čelik je tvrd, ali krhak. Postupak se sastoji od zagrijavanja čelika na određenu temperaturu, izotermnog držanja i ohlađivanja primjerenom brzinom. Popuštanjem se povećava žilavost, ali smanjuje se čvrstoća. [1]

Postupak se najčešće radi više puta. Popuštanje se odvija u četiri stadija od kojeg svakog karakteriziraju određene temperature i strukturne promjene.



Slika 4. Promjena svojstava tokom popuštanja [1]

Kod čelika legiranih jakim karbidotvorcima (kakvi su i čelici obrađeni u ovom radu) dolazi u zadnjem stadiju popuštanja do pojave sekundarnog otvrdnuća. Tada zaostali austenit A_z prelazi u sekundarni martenzit M'' i karbide popuštanja K_p . Zbog toga raste tvrdoća i otpornost popuštanju. Zaostali austenit pretvara se u martenzit pri različitim temperaturama popuštanja ovisno o legirnim elementima. Dijagrami popuštanja dani kod tehnoloških opisa proizvodnje pojedinih čelika daju ovisnost temperature popuštanja o tvrdoći. Temperatura popuštanja se određuje po željenoj tvrdoći, a trajanje popuštanja po dimenzijama obradka. Prvo popuštanje se provodi radi pojavljivanja sekundarne tvrdoće, a ostala se provode prvenstveno iz razloga popuštanja nastalog sekundarnog martenzita.



Slika 5. Dijagram popuštanja [1]

2.3. Inženjerstvo površina

Inženjerstvo površina je znanstveno-tehnička disciplina koja se bavi proizvodnjom, ispitivanjem i primjenom površinskih slojeva. Različitim tradicionalnim i inovativnim površinskim postupcima (modificiranjem i/ili prevlačenjem) postiže se sustav površinski sloj/osnovni materijal sa svojstvima koja garantiraju potrebne eksploatacijske performanse uz prihvatljive proizvodne troškove. [2]

U rješavanju konkretnih problema ponekad nije dovoljan samo jedan površinski postupak, već je potrebno upotrijebiti dva ili više postupaka (tzv. dupleks postupak) kako bi se poboljšanjem svojstava podloge osigurala bolja svojstva obratka nanošenjem završnog sloja (prevlake).

Površinski sloj se može dobiti modificiranjem površine ili njenim prevlačenjem. Modificiranje površine se može odvijati sa ili bez promjene kemijskog sastava.



Slika 6. Modificiranje i prevlačenje površine [2]

2.3.1 Postupci modificiranja površine

Modificiranje površine metalnih dijelova može se provesti primjenom postupaka koji se u osnovi razlikuju prema vanjskom djelovanju koje može biti mehaničko, toplinsko ili toplinsko – kemijsko.[2]

Mehaničko modificiranje karakterizira unošenje tlačnih zaostalih naprezanja u površinski sloj metalnog materijala. Na taj način događaju se promjene u kristalnoj rešetci (pomicanje i umnažanje dislokacija) što doprinosi otpornosti površine. Najpoznatiji postupak je sačmarenje.

Toplinsko modificiranje je unošenje toplinske energije u površinski sloj materijala. Na taj način omogućava se površinsko kaljenje. [2]

Kod toplinsko – kemijskih postupaka se osim unošenjem toplinske energije, unošenjem drugih kemijskih elemenata mijenja kemijski sastav, a time i mikrostruktura i svojstva površinskih slojeva. Nemetalni ili metalni elementi se mehanizmima difuzije unose u površinski sloj metalnog materijala. [2]

Razlikujemo toplinsko-kemijske i mehaničke postupke prevlačenja. [2]

U idućem poglavlju opisać će se postupak nitriranja, konkretno plazmatskog nitriranja, kao postupak vezan uz eksperimentalni dio rada.

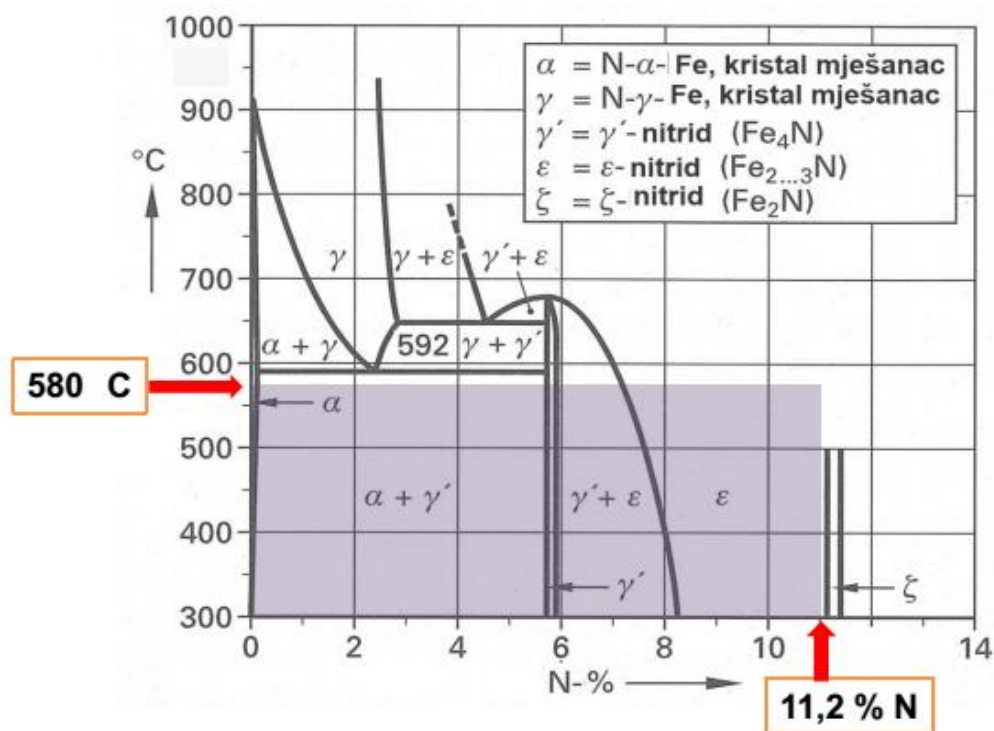
2.3.1.1 Nitiranje

Nitiranje je termodifuzijski postupak kada u površinu čelika ulazi dušik (N) i dolazi do stvaranja nitrida. Na taj način se čeliku poboljšava svojstva, prvenstveno otpornost na trošenje. Ovim se postupkom postižu dubine od oko 0,6 mm. [3]

Nitiranje se može provoditi u različitim sredstvima:

- Čvrsta (prašak)
- Plinovita (NH_3 , ugljikovodici)
- Tekuća (solne kupke, TENIFER)
- Ionizirane plinske atmosfere

U ovisnosti od koncentracije dušika mogu nastati različiti tipovi nitrida. To je vidljivo iz Fe-N dijagrama, slika 7..



Slika 7. Fe-N dijagram [3]

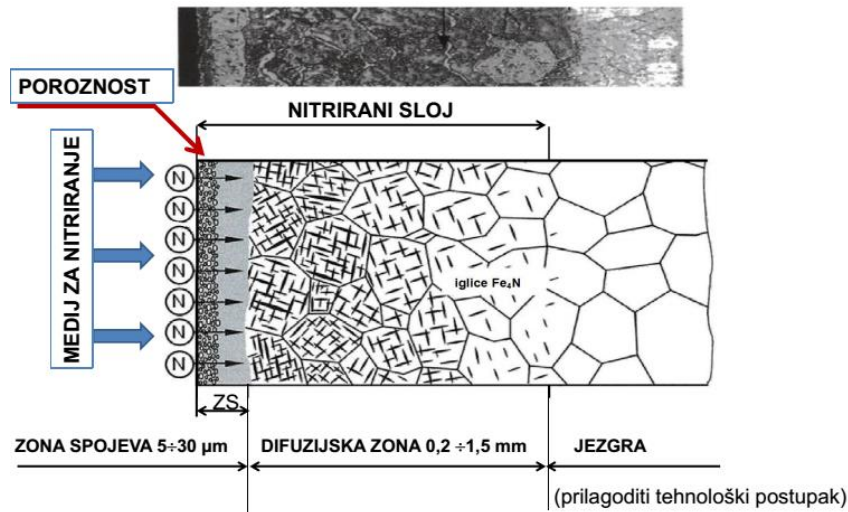
Mogući nitridi koji nastaju: [3]

γ' – nitridi stehiometrijski Fe_4N sadrže oko 5,88% N. Ima FCC rešetku.

ϵ – nitridi su Fe_{2-3}N , koncentracije dušika 7,8 % – 11,3 % N. Heksagonalna rešetka.

ξ – nitridi Fe_2N sadrži oko 11% N. Rešetka je ortorombska.

Kod legirajućih elemenata treba voditi računa da oni također stvaraju nitride i karbonitride (MeN , MeCN). Nitiranje se provodi na temperaturama ispod A_1 : $380\ldots 580^\circ\text{C}$.



Slika 8. Izgled nitiranog sloja [3]

Na slici 8. koja prikazuje izgled nitiranog sloja na površini materijala, jasno se vide dvije važne zone.

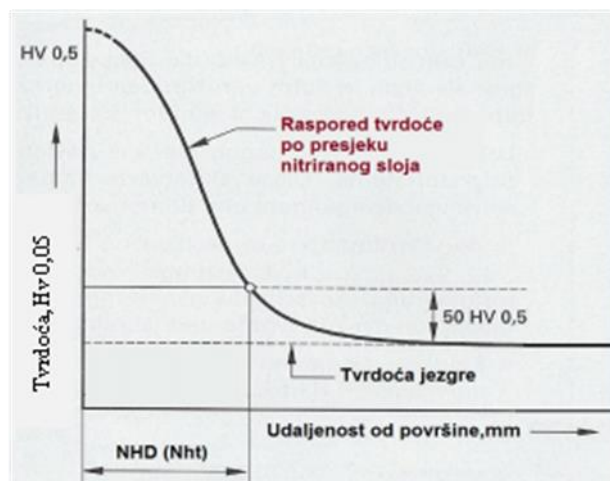
Prva je zona spojeva. Sastav zone spojeva kod legiranih čelika je sljedeći:

- γ' nitridi
- ϵ nitridi
- ξ nitridi
- Me nitridi
- Me karbonitridi

Zona spojeva kod legiranih čelika pokazuje izrazitu tvrdoću. Nastanak zone spojeva se može izbjeći podešavanjem parametara kod plazmatskog nitiranja. Naziva se još i „bijeli sloj“.

Druga zona je difuziona zona i sastoji se od vrlo finih Me nitrida i Me karbonitrida.

Dubina nitiranja ispituje se mjerenjem tvrdoće po presjeku uzorka. Efektivna dubina nitiranja (NHD) je ona okomita udaljenost od ruba do mjesta gdje je tvrdoća jednaka tvrdoći jezgre +50HV.



Slika 9. Ispitivanje dubine nitiranja [3]

2.3.1.1.1 Plazmatsko nitiranje

Plazmatsko nitiranje, ili nitiranje u ioniziranoj plinskoj atmosferi postupak je kod kojega reaktivnost nitirajućeg medija nije uvjetovana povišenom temperaturom već ionizirajućim stanjem plina. Kod ovog postupka koristi se visoko-intenzivno električno polje za stvaranje ioniziranih molekula plina oko površine koja se nitrira. Takav visoko aktivan plin naziva se plazma. Plin koji se koristi je najčešće čisti dušik.

Ovaj proces omogućuje preciznu kontrolu nitrirane površine. Plazmatsko nitirani strojni dio je obično odmah spreman za upotrebu i nije mu potrebna naknadna strojna obrada ili poliranje. Stoga je proces jako isplativ.

Plazmatsko nitiranje se često provodi u paru s PVD, CVD ili PACVD postupkom (dupleks postupak). Dupleks postupak ima razne povoljne utjecaje na svojstva.

Plazmatsko nitiranje se može provoditi u širokom temperaturnom intervalu od 260 °C do više od 600 °C. [4]

Ujednačeno električno polje ioniziranih molekula plina omogućuje konzistentnu tvrdoću i dubinu nitiranja po cijeloj površini predmeta što posebno dolazi do izražaja kod dijelova kompleksne geometrije gdje nitiranje u plinskoj atmosferi može polučiti nejednolike rezultate. Plazmatsko nitiranje najmanje utječe na kvalitetu površine proizvoda. Nitiranje u plinskoj atmosferi i u solnim kupkama koriste amonijak i fosfate za aktivaciju procesa i kao takvi pogrubljuju površinu. Plazmatsko nitiranje stvara tvrdnu površinu bez krhosti i ljuštenja. To se postiže podešavanjem parametara postupka plazmatsko nitiranje i samim time izbjegavanjem stvaranja krhkog i poroznog "bijelog sloja". Također, time se i uklanjaju troškovi naknadne obrade površine. Zbog niže temperature procesa, plazmatsko nitiranje čuva svojstva jezgre materijala proizvoda. Tradicionalni postupci zbog svoje veće temperature mogu utjecati na svojstva jezgre. Plazmatskim nitiranjem može se obraditi širok raspon vrsta materijala (čelični

ljevovi, konstrukcijski čelici, alatni čelici, nehrđajući čelici, brzorezni čelici). Na poslijetku, plazmatsko nitriranje je ekološki prihvatljiv postupak koji koristi precizno kontrolirane mješavine plinova.[5]

2.3.2 Postupci prevlačenja površine

I kod prevlačenja površine se primjenjuju različiti postupci koji se prema temeljnom mehanizmu mogu svrstati u različite podskupine:

Toplinsko prevlačenje[2]

Površinski sloj nastaje primjenom topline za rastaljivanje metalnog materijala koji potom kristalizira na površini osnovnog metalnog materijala. U ove postupke spadaju:

- Navarivanje
- Uranjanje u rastaljeni metal

Mehanička prevlačenja [2]

Mehaničkim djelovanjem ostvaruje se deformacijsko spajanje različitih metalnih materijala koji imaju bitno različita svojstva. Postupci:

- Valjanje
- Eksplozijsko spajanje

Toplinsko – mehaničko prevlačenje [2]

Kod ovih postupaka dodatni se materijal rastali toplinskom energijom, a rastaljene čestice se mehaničkim udarom usmjeravaju na površinu obrađivanog predmeta te tamo kristaliziraju. U ove postupke spadaju:

- Naštrcavanje plamenom
- Naštrcavanje električnim lukom
- Naštrcavanje plazmom
- Naštrcavanje detonacijskim pištoljem
- Naštrcavanje velikim brzinama izgaranja

Kemijsko prevlačenje [2]

Uglavnom se provode radi povećanja otpornosti prema koroziji i kemijskom djelovanju. Ovdje spadaju:

- Bestrujno niklanje
- Fosfatiranje
- Kromatiranje
- Sol-gel postupci

Elektrokemijsko prevlačenje [2]

Ovi postupci se uglavnom provode u cilju povećanja otpornosti na koroziju i kemijsko djelovanje.

- Kromiranje
- Niklanje
- Galvaniziranje

Prevlačenja u parnoj fazi [2]

Prevlaka ili materijal kojim se oplemenjuje površina prolaze kroz parnu ili plinovitu fazu prije prevlačenja. Ovdje spadaju:

- Kemijsko taloženje iz parne faze (CVD)
- Fizikalno taloženje iz parne faze (PVD)
- Plazmom aktivirano kemijsko taloženje iz parne faze (PACVD)
 - Modificirano kemijsko taloženje iz parne faze MCVD

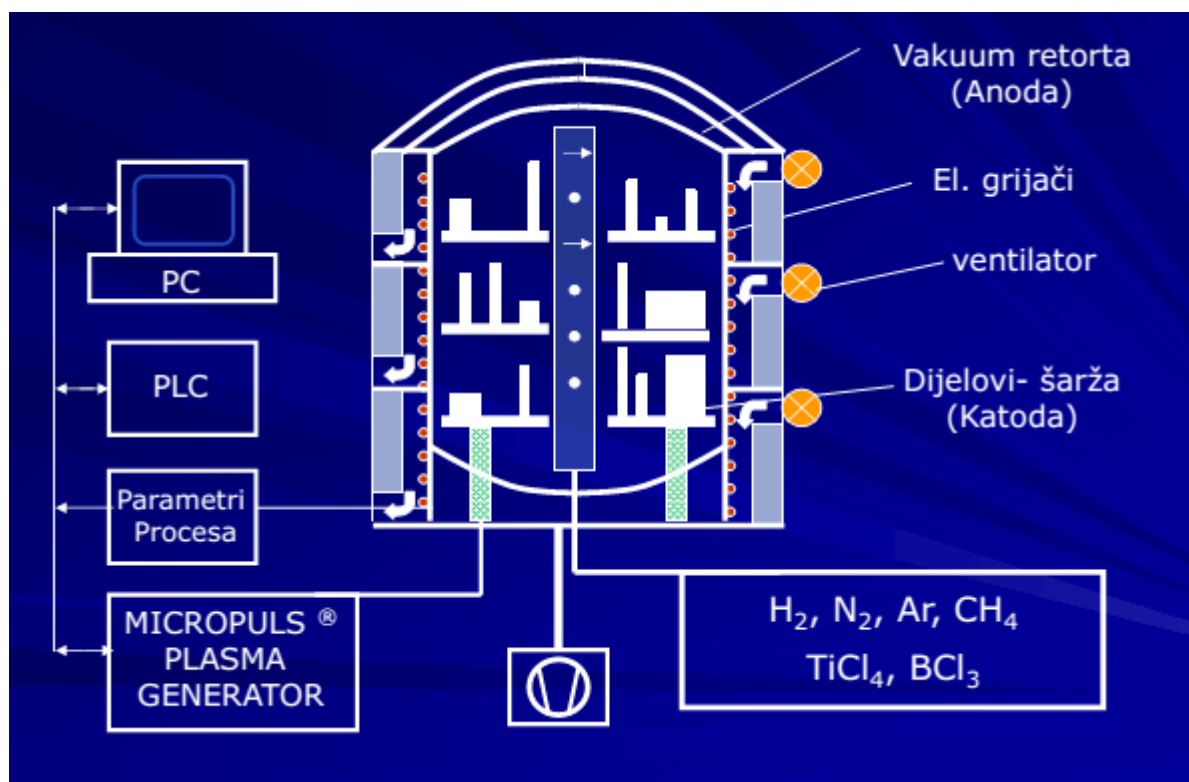
2.3.2.1 Postupci prevlačenja u parnoj fazi

Za ispitivanja koja su provedena nužno je razumijeti PACVD postupak. Ipak, potrebno je prije toga objasniti osnove CVD postupka kako su oni principijelno povezani.

CVD postupak je postupak nanošenja prevlake kemijskim taloženjem iz parne faze. Krivo je možda reći postupak jer se unutar tog imena nalazi više varijacija istog postupka koje se razlikuju po opremi, temperaturi izvođenja itd. Bilo kako bilo, kod CVD-a, materijal prevlake ako već nije u parnom stanju formira se iz tekućeg ili krutog izvora. Tečenje para ostvaruje se razlikom tlaka ili nosivim plinom kojim se para usmjerava prema materijalu koji se obrađuje. Reaktivni plin ili drugi materijal u parnom stanju često se dodaje kako bi se proizveo spoj metala i nekog elementa iz plina. Npr. ako se uvodi dušik za vrijeme isparavanja titana dobija se prevlaka titan nitrda.

Prevlaka se dobiva toplinskim rastvaranjem ili kemijskom reakcijom blizu atmosferskog tlaka. Budući da će para kondenzirati na bilo kojoj relativno hladnoj površini koju dodiruje, svi dijelovi sustava taloženja moraju biti vrući kao izvor pare. Podloga se stoga grijeje. Tu leži i ograničenje CVD postupka jer se može primjenjivati samo na podloge koje mogu podnijeti visoke temperature.

PACVD postupak je hibridni postupak koji koristi plazmu za aktiviranje CVD postupka. Plazma je visoko ionizirani plin jakim električnim poljem i kao takav je vrlo reaktivan. Koristi se izboj struje za formiranje reakcije u plinu za formiranje taloga. U ovom postupku mogu se nanositi prevlake na znatno nižim temperaturama. Razlog tome je sposobnost elektrona visoke energije da proizvedu izboj struje i pokidaju kemijske veze. [2] Stoga se ovaj postupak može koristiti za prevlačenje alatnih čelika. Praktično bilo koji plin ili para mogu biti izvor materijala. Stoga je u ovakvim postrojenjima moguće i obavljati proces plazmatskog nitriranja zajedno s nanošenjem prevlake (dupleks postupak).



Slika 10. Shema PACVD procesa [3]

2.4 Utjecaj podloge na površinski sloj

Na svojstva površinskog sloja utječe podloga, ispod nje. Taj sloj ovisi o osnovnom na čija svojstva pak utječe toplinska obrada. Također, praksa je pokazala da se svojstva prevlake značajno poboljšavaju modifikacijom površine osnovnog materijala i to najčešće nitriranjem

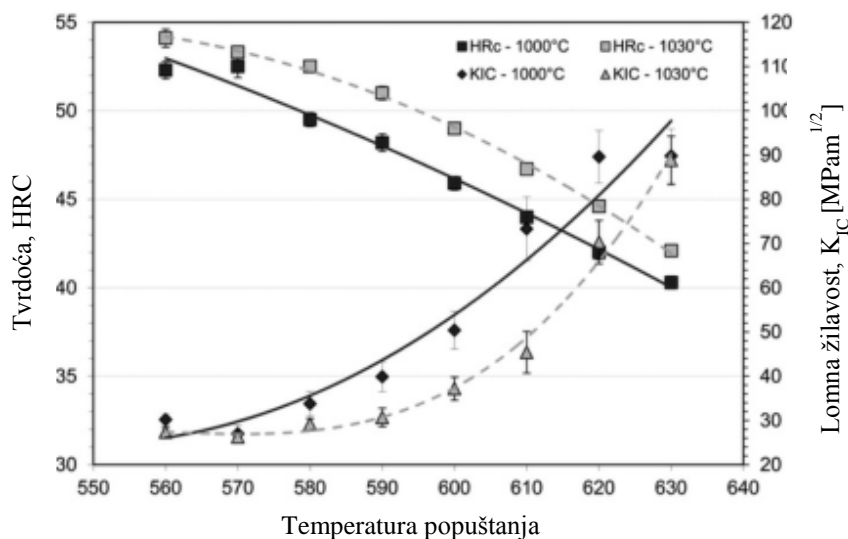
2.4.1 Utjecaj toplinske obrade na svojstva površinskih slojeva

Alatni materijali se najčešće podvrgavaju osnovnoj toplinskoj obradi kaljenja i popuštanja u vakuumskim pećima. Poslije se podvrgavaju različitim toplinskim i toplinsko-kemijskim postupcima oplemenjivanja i prevlačenja površine pa je stoga nužna kompatibilnost postupaka obrade.

Kroz odabir adekvatne temperature austenitizacije te temperatura popuštanja toplinska obrada rezultira optimalnom mikrostrukturom s povoljnim omjerom lomne žilavosti i tvrdoće povisujući tako otpornost na umor i trošenje. Također postupak dubokog hlađenja prije popuštanja također pogoduje svojstvima čelika. Kroz cjelovitu transformaciju zaostalog austenita i precipitaciju karbida u martenzitnoj matrici, postupak dubokog hlađenja daje dimenzijsku stabilnost čeliku, povisujući mu na taj način otpornost na umor, trošenje, tvrdoću i čvrstoću.

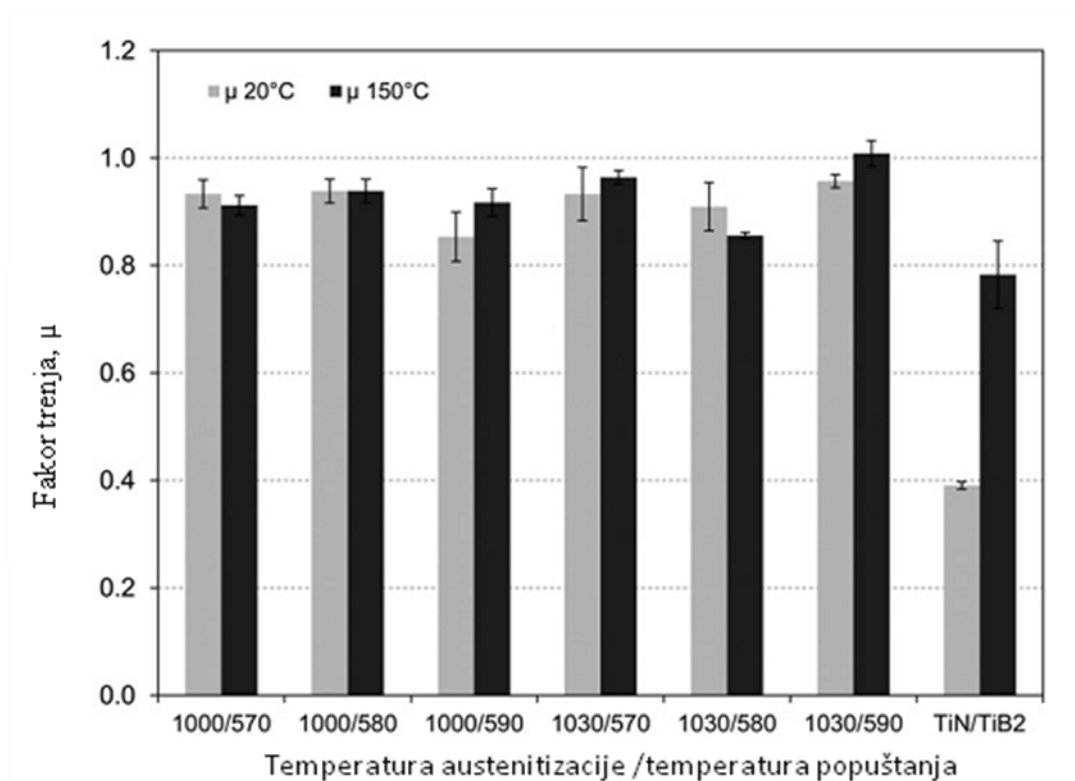
Koristit će se rezultati rada autora B. Podgornik i ostalih [6]. Korišten materijal je alatni čelik za topli rad AISI H11. Čelik je predgrijan na temperaturu 850 °C. Korištene su dvije temperature austenitizacije: 1000 °C i 1030 °C te su obje skupine uzoraka dvostruko popuštene na osam različitih temperatura u intervalu od 560 °C do 630 °C. Nakon popuštanja uzorci su plazmatsko nitrirani te im je PACVD postupkom nanesena višeslojna nanokompozitna prevlaka TiN/TiB₂. [6] Ispitivanje trošenja je provedeno metodom kugla na disku. Također je provedeno ispitivanje mehaničkih svojstava (lomne žilavosti i tvrdoće) i mikrostrukture. Mikrostruktura zakaljenog i popuštenog čelika AISI H11 sastoji se od igličastog martenzita sa fino raspoređenim česticama sekundarnih karbida i nešto neotopljenih eutektičkih karbida. Također, vidljivi su lamelarni precipitati M₃C tipa između martenzitnih iglica dok je zaostali austenit izostao. Povećanjem temperature popuštanja uočava se povećanje udjela karbida popuštanja. Viša temperatura austenitizacije rezultira povećanjem udjela primarnih karbida, ali može dovesti do većeg austenitnog zrna. [6]

Ispitivanje tvrdoće i lomne žilavosti za različite temperature popuštanja i austenitizacije pokazalo je da povećanjem temperature popuštanja dolazi do smanjenja tvrdoće prevlake, ali značajnog povećanja žilavosti dok za temperaturu austenitizacije vrijedi obrat. [6]



Slika 11. Rezultati ispitivanja lomne žilavosti i tvrdoće za različite temperature popuštanja čelika AISI H11 [6]

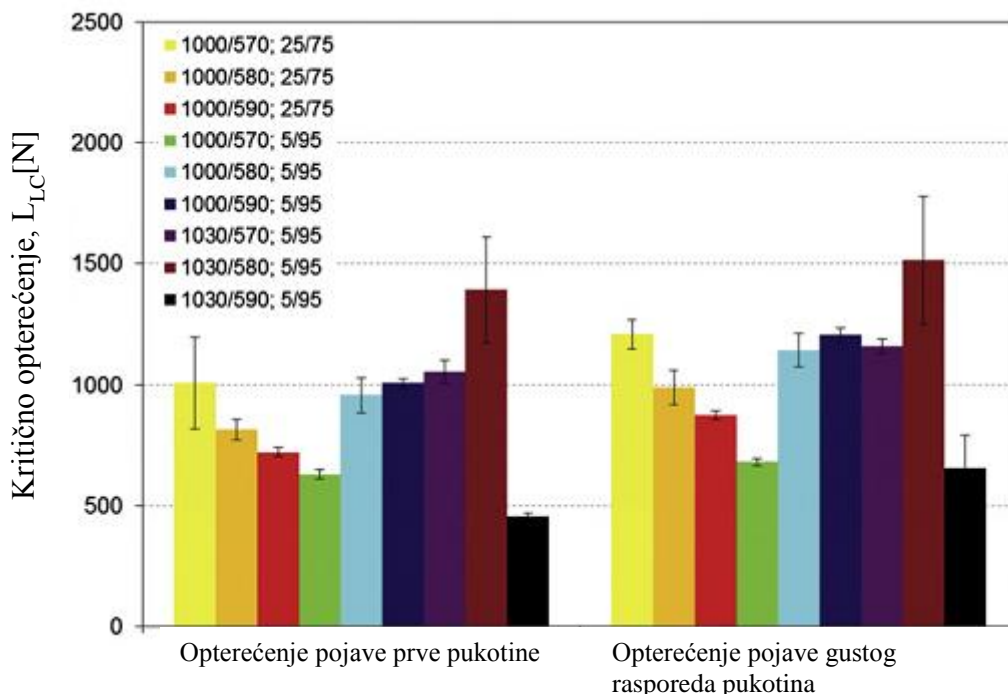
Ispitivanje na abrazijsko trošenje (određivanje faktora trenja) provedeno je na povišenoj radnoj temperaturi (150 °C), slika 12.



Slika 12. Odnos faktora trenja površine za različite temperature popuštanja i austenitizacije čelika AISI H11 [6]

Iz slike 12. je očito da temperatura austenitizacije i popuštanja nema bitnog utjecaja na otpornost abrazijskom trošenju. Ipak, nakon prevlačenja s TiN/TiB₂ faktora trenja smanjio se čak dva puta ukazujući na povećanje otpornosti na trošenje.

Kod ispitivanja na ljuštenje ("galling-test") pokazalo se da postupak osnovne toplinske obrade nema nikakvog utjecaja na adhezijsko trošenje jednom kada je površina plazmatski nitrirana. Ipak utjecaja imaju parametri postupka plazmatskog nitriranja. [6]



Slika 13. Utjecaj toplinske obrade i uvjeta plazmatskog nitriranja na otpornost klizanju [6]

Utjecaj opterećenja klizanja je također ispitan u radu. Pokazalo se da je za u ovom slučaju ključna uloga jezgre materijala kao potpore podlozi u izdržavanju opterećenja valjka koji se kliže po površini uzorka. Iz slike 13. se jasno vidi optimalna kombinacija temperature austenitizacije i popuštanja koja osigurava optimalnu tvrdoću i lomnu žilavost te tako maksimalnu otpornost pukotinama (1030/580).

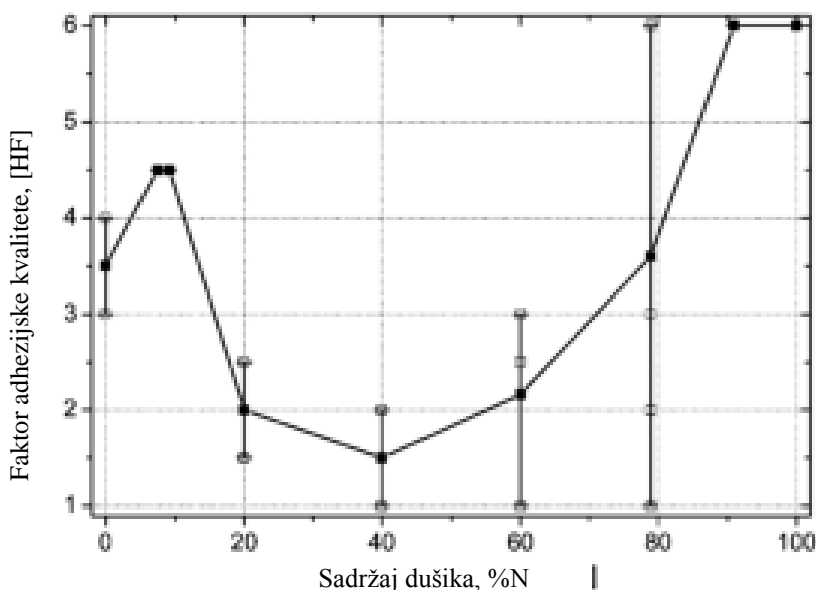
Utjecaj dubokog hlađenja opisan je u idućem radu autora B. Podgornik i ostalih [7]. Korišten je brzorezni čelik S390 MC, Böhler. Duboko hlađenje omogućuju pretvorbu zaostalog austenita te precipitaciju finih η -karbida. Rezultirajuća mikrostrukutra je sadržavala neotopljene eutektičke karbide u igličastoj matrici. Duboko hlađenje povećava tvrdoću materijala, ali i formira sloj slabe udarne žilavosti. [7]

2.4.2 Utjecaj nitriranog sloja na svojstva prevlaka

Nitrirani sloj mehanički podržava prevlaku. Mehanizam kojim se to postiže je preklapanje površinskog i pod-površinskog (nitriranog) sloja kojim se postiže prikladni gradijent tvrdoće između površinskog i pod-površinskog sloja. Pred-nitriranje također povećava adheziju prevlake pod uvjetom da se nije formirala zona spojeva.[8]

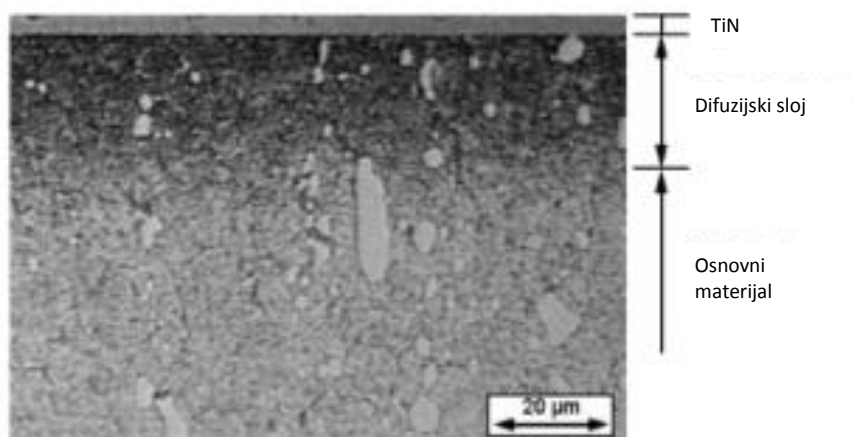
Prezentirat će se rezultati rada autora M. Stoiber i ostalih[8]. U radu su ispitivani utjecaji različitih omjera plinova (dušik/vodik i argon) prilikom plazmatskog nitriranja čelika koji je potom prevučen TiN prevlakom. Ispitivanja su vršena na alatnom čeliku za hladni rad AISI D2. [8]

Prvo je ispitivana ovisnost omjera plinske atmosfere o faktoru adhezijske kvalitete (HF). HF se mjeri Rockwellovim indentorom i podijeljen je u 6 razreda. Razredi od 1-4 karakteriziraju zadovoljavajuću prionjivost prevlake za podlogu dok 5-6 karakteriziraju prionjivost kao nezadovoljavajuću. [8]

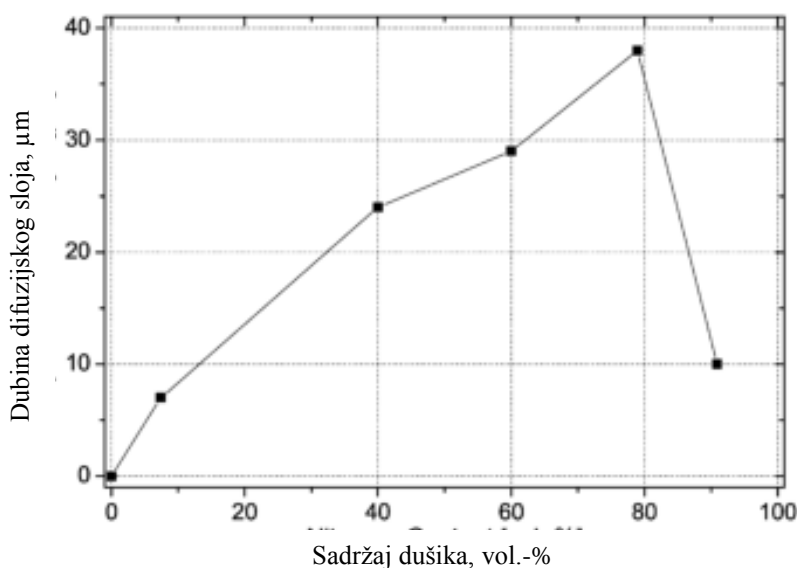


Slika 14. Ovisnost %N u plinskoj atmosferi o faktoru kvalitete adhezije između prevlake i podloge [8]

Iz slike 14. je vidljivo da je optimalna vrijednost faktora adhezijske kvalitete prevlake postignuta za 40% N_2 i 60% H_2 i iznosi $HF=1$. Porastom udjela dušika kvaliteta adhezijske prionjivosti opada i postaje potpuno nezadovoljavajuća za 80% N_2 . [8]

Slika 15. Prikaz površine uzorka čelika AISI D2 za 40%N₂ [8]

Također, mjeren je utjecaj plinske atmosfere na debljinu difuzijske zone nitriranog sloja. Za optimalnu vrijednost od 40%N₂ debljina difuzijske zone iznosi 24 μm. Iz slike 15. je vidljivo da nakon što omjer dušika pređe 80% debljina difuzijske zone se drastično smanjuje pa samim time iščezava mehanička potpora podloge prevlaci.

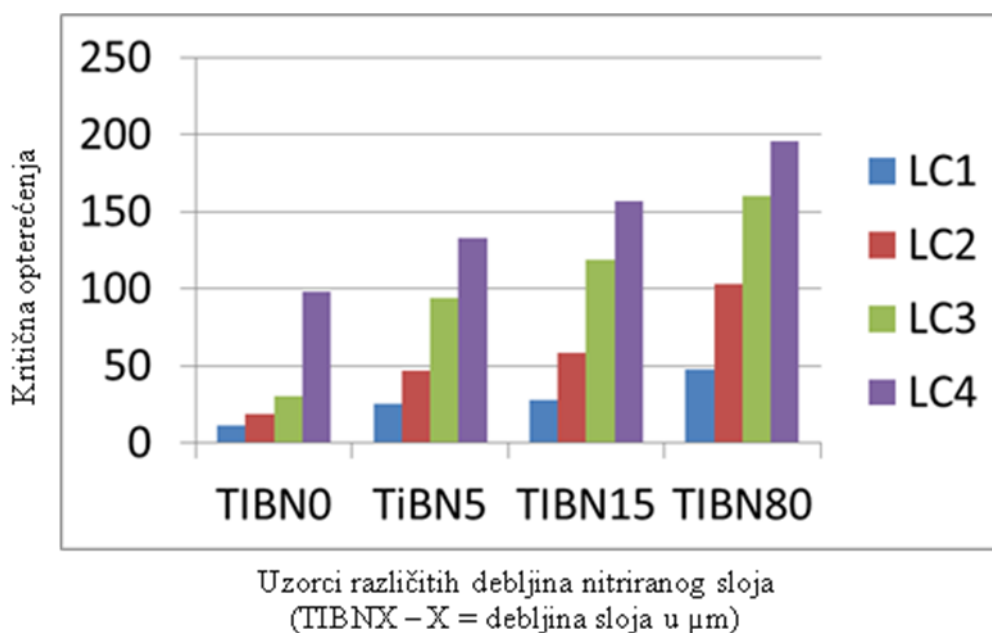


Slika 16. Ovisnost %N o debljini difuzijske zone [8]

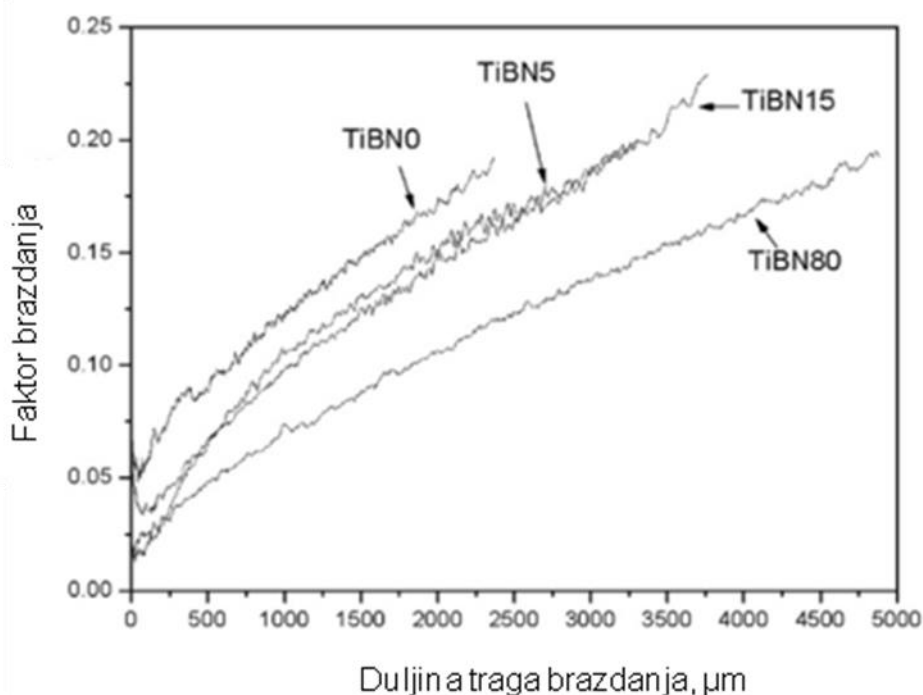
Očito da debljina nitriranog sloja ima utjecaja na prionjivost prevlake. Pokazuje se također da ima utjecaja i na tribološka svojstva koja će prevlaka manifestirati. Autori Y. Hea i ostali u svom radu ispituju utjecaj debljine plazmatski nitriranog sloja na otpornost trošenju nanese TiBN prevlake. Ispitivanje se vršilo na X40CrMoV53 alatnom čeliku za topli rad nad kojime je izvršeno nitriranje sa tri različite debljine sloja: 5, 15 i 80 μm te je također ispitan uzorak samo s TiBN prevlakom bez prethodnog nitriranja. [9] Na uzorcima je proveden „scratch“ test kojim se ispituju kohezijska i adhezijska svojstva prevlake. Instrument za ispitivanje se sastoji od

dijamantnog ticala koje grebe površinu uzorka na duljini od 5mm progresivno povećavajući opterećenje. Postupkom se ispituje maksimalno opterećenje koje prevlaka može podnijeti prije nego se pokaže osnovni materijal ukazujući tako na prionjivost prevlake.

Scratch test karakteriziraju četiri kritična opterećenja koja se javljaju kod zasebnih pojava na površini uzorka. Kritično opterećenje LC_1 je karakteristika kohezije prevlake. To je opterećenje u N pri kojemu se javljaju prve mikropukotine. LC_2 je karakteristika adhezije prevlake i to je opterećenje pri kojemu se javlja prvo ljuštenje pukotina. LC_3 je opterećenje pri kojemu se prvi put nazire podloga. LC_4 je opterećenje pri kojemu prevlaka u potpunosti iščezne.



Slika 17. Grafički prikaz ovisnosti kritičnih opterećenja scratch testa o debljini nitriranog sloja [9]

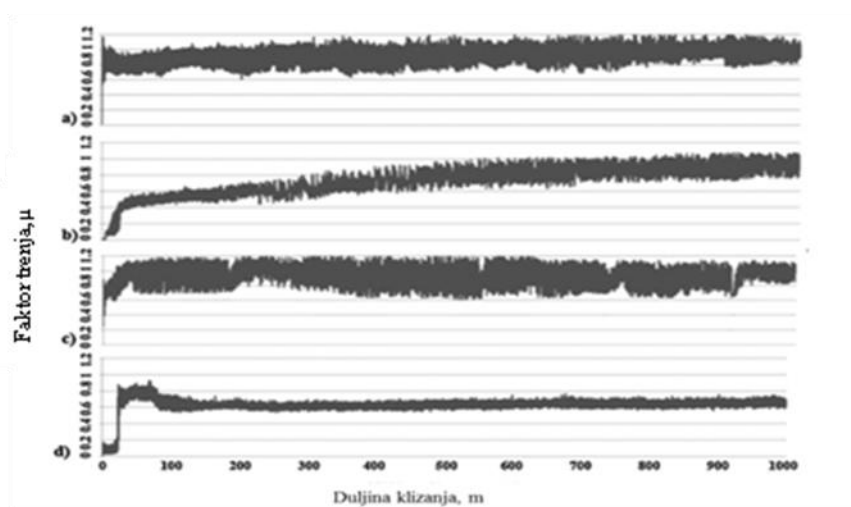


Slika 18. Ovisnost faktora brazdanja o duljini traga [9]

Iz slika 17. i 18. je očito da povećanjem nitriranog sloja raste i vrijednost kritičnih opterećenja te da se smanjuje koeficijent brazdanja. [9]

U radu autora M. Raoufia[10] i ostalih ispituje se utjecaj plazmatsko nitriranja alatnog čelika AISI H13 na koji je nanesena TiN podloga i istog čelika s istom podlogom, ali bez prethodnog nitriranja.

U radu se ispituje otpornost trošenju metodom „pin-on-disk“ i to korištenjem čeličnog klina i WC-Co klina. Također, ispituje se mikrotvrdoća prevlake.

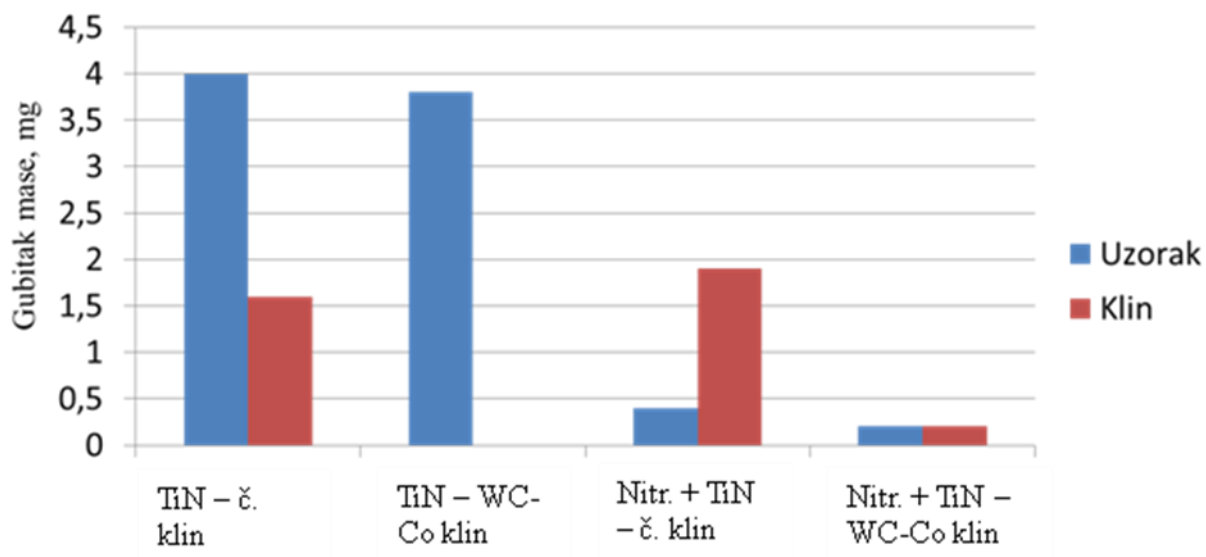


Slika 19. Vrijednosti faktora trenja u ovisnosti o duljini klizanja klina za različite uzorke i klinove

a) TiN – čelični klin, b) TiN – WC-Co klin, c) TiN + nitrirano – čelični klin, d) TiN + nitrirano – WC-Co klin [10]

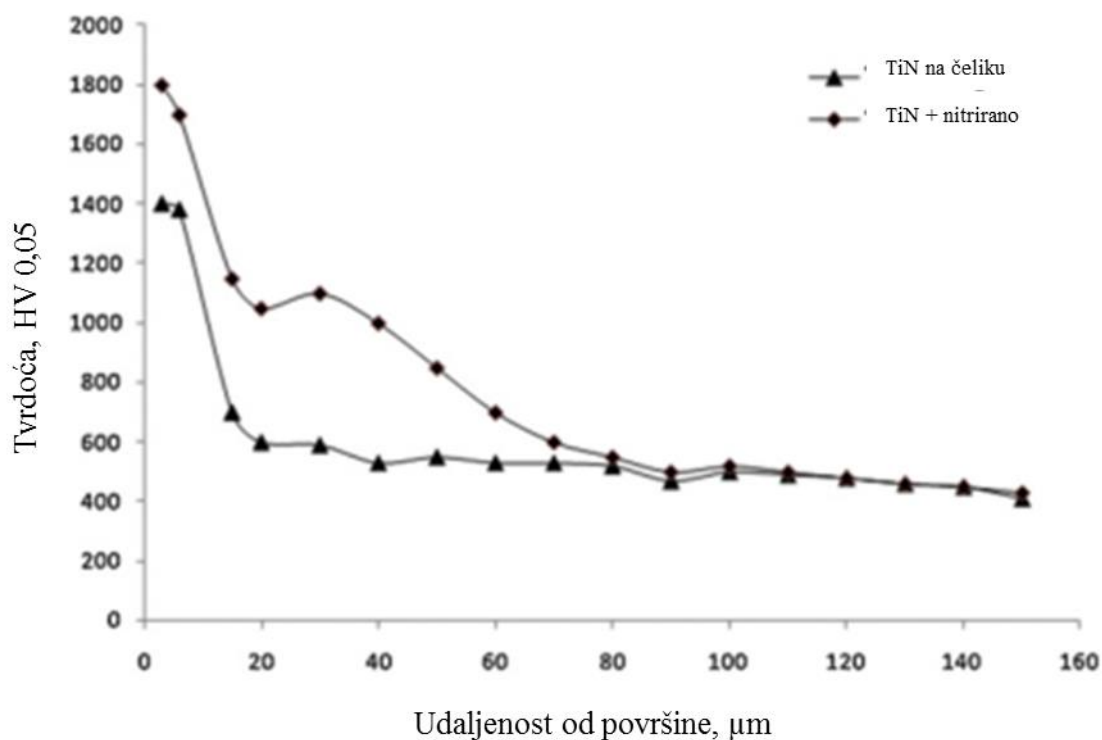
Iz slike 19. je vidljivo da TiN uzorak postiže faktor trenja 0,9 za čelični klin te za WC-Co klin dostiže vrijednost 0,9, a potom opada na 0,8. Prethodno nitrirani uzorak dostiže vrijednost 0,8 te potom opada na 0,6.

Kao glavni parametar ispitivanje trošenja pokazalo se mjerenje gubitka materijala uzorka i klina.



Slika 20. Grafički prikaz gubitka mase klinova i uzoraka [10]

Gubitak mase nitriranih uzoraka znatno je manji od onih koji nisu bili nitrirani što ukazuje na povoljan utjecaj nitriranja prije prevlačenja na otpornost trošenju. [10]



Slika 21. Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku uzoraka [10]

Iz slike 21. je vidljivo da je nitiranje povisilo prosječnu tvrdoću prevlake za čak 400 HV_{0,05}. Razlog tomu je što nitirani sloj sprječava vrlo tvrdu prevlaku prosječne tvrdoće 1810 HV_{0,05} da dođe u direktan kontakt s, u ovom slučaju, relativno mekanom jezgrom prosječne tvrdoće 450 HV_{0,05} stvarajući srednji sloj od oko 1100 HV_{0,05}. [10]

2.5 Tvrdoća

Na uzorcima alatnih čelika za hladni i topli rad vršit će se ispitivanja mikrostrukture i mikrotvrdoće. Poblježe će se objasniti oba pojma kako bi se lakše razumjela daljnja navođenja.

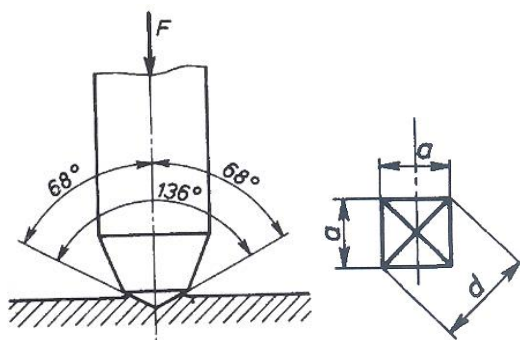
Više je definicija tvrdoća, ali osnovna i korištena u svojoj tehničkoj primjeni glasi: tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog tvrdog tijela u njegovu površinu. [11]

Na području mehaničkog ispitivanja tvrdoće razvijeno je nekoliko različitih metoda mjerenja tvrdoće. Osnovni princip mjerenja kod većine metoda jest mjerenje dubine ili veličine otiska što ga penetrator, opterećen nekom silom, načini u ispitnom materijalu. Te metode su pogodne za materijale kod kojih je moguća plastična deformacija, a za druge su razvijene metode kod kojih se mjeri deformacija u trenutku djelovanja sile. [12]

Najpoznatije metode su metode po Brinell-u, Vickers-u i Rockwell-u.

2.5.1 Metoda po Vickersu

Kod Vickersove metode penetrator je četverostrana istostranična dijamantna piramida s vršnim kutom 136°. [12]



Slika 22. Metoda po Vickers-u [11]

Tvrdoća prema Vickersu računa se prema izrazu:

$$HV = \frac{0,189 \times F}{d^2} \quad (1.1)$$

Vrijednosti tvrdoća će biti konstantne, tj. neovisne o opterećenju. [12] To vrijedi u skladu s matematičkim izvodom.

Daljnja ispitivanja su pokazala da nije uvijek tako da kod svake promatrane sile budu izmjerene jednake vrijednosti tvrdoća. Na primjer, mjerenja ispod 20 N pokazuju odstupanja od mjerenja iznad. Zbog navedenog, ti rezultati nisu usporedivi s rezultatima dobivenim pri većim opterećenjima. [12]

Ovisno o opterećenjima razlikujemo u Vickersovoj metodi mjerenja tvrdoće sljedeće tipove tvrdoća:

- Mikrotvrdoću – opterećenje do 2N
- Semimikrotvrdoću – opterećenja 2-20N
- Makrotvrdoću – opterećenja iznad 20N

Kod mikrotvrdoće je važno naglasiti sljedeće: iskustvo pokazuje da nakon vraćanja indentora tj. rasterećivanja nastupaju različite elastične deformacije i promjene dubina utisnuća. Što je manja sila utisnuća to je veća pogreška mjerenja tj. očitavanja dijagonale su manja, a razlozi pogrešaka mogu biti u penetratoru, uređaju, vibracijama, brzini spuštanja, trajanju opterećenja te ljudski faktor mjeriteljevog oka. [12]

3.Eksperimentalni dio rada

Drugi dio rada bavi se konkretnim ispitivanjima. Obradeni su uzorci, njihova prethodna obrada kao i priprema za ispitivanje, metode i oprema ispitivanja te konačno rezultati ispitivanja objašnjeni su u ovome poglavlju.

3.1 Uzorci

Uzorci nad kojima su provedena ispitivanja izrađeni su od četiri vrste alatnog čelika. Dva čelika namijenjena su za topli, a dva za hladni rad. Razlikuju se u kemijskom sastavu, načinu proizvodnje te njihovoj primjeni i svojstvima. Svakom pojedinom čeliku potrebno je prilagoditi parametre toplinske obrade prije postupaka modifikacije i oplemenjivanja površine.

3.1.1 Osnovni materijali uzoraka

Sljedeći podatci su preuzeti direktno od proizvođača čelika i odnose se na čelik u isporučenom stanju.

3.1.1.1 Čelik RPU-ESU KIND&Co.

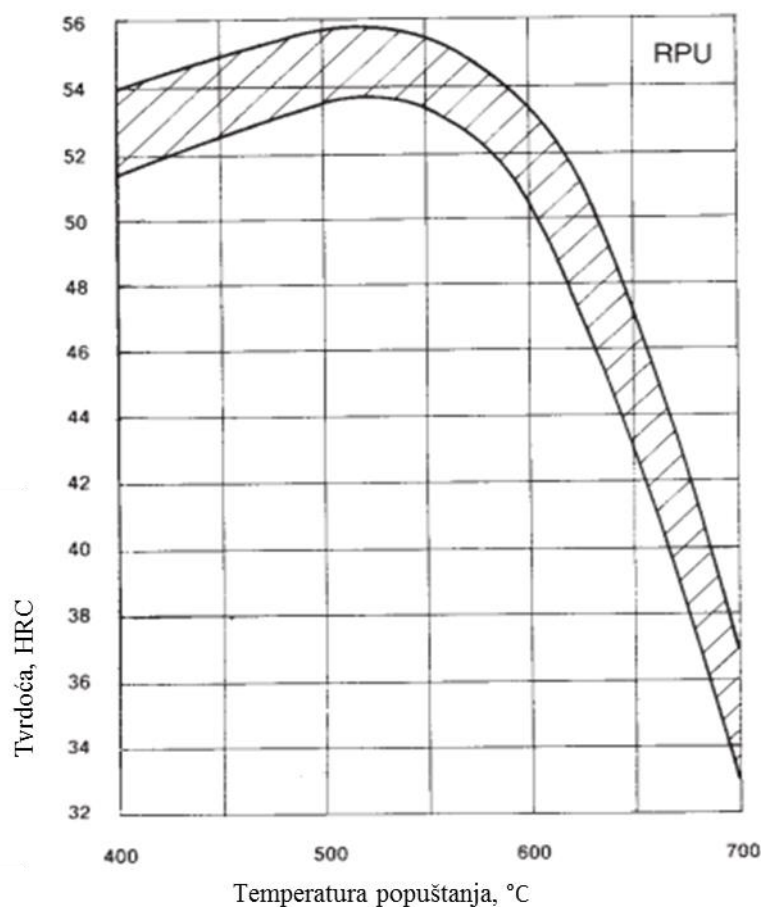
Tablica 1. Čelik RPU-ESU

Proizvođač	KIND&Co.
Oznaka	RPU-ESU
Oznaka prema EN 10027-1	X38CrMoV5-3
Kemijski sastav	0,38% C, 0,4% Si, 0,4% Mn, 5,0% Cr, 2,8% Mo, 0,6% V

Radi se o alatnom čeliku za topli rad.

Karakteriziraju ga visoka čvrstoća i otpornost na toplinski umor. Primjenjuje se za alate za ekstrudiranje bakrenih legura te alate za lijevanje bakra, aluminija i njihovih legura.

Temperatura austenitizacije mu je 1030-1060 °C. Popušta se na temperaturi od 520-700°C i preporuča se popuštati 2-3 puta. Čelik je proizveden postupkom pretaljivanja pod troskom. [13]



Slika 23. Dijagram popuštanja čelika RPU-ESU [13]

3.1.1.2 Čelik Vidar 1 ESR Uddeholm

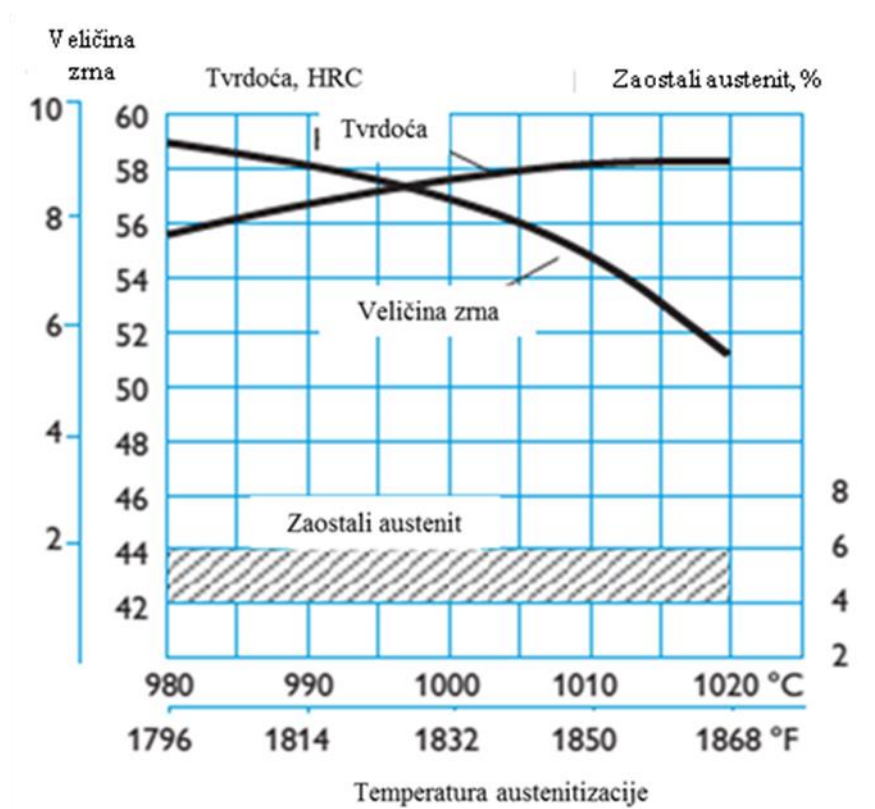
Tablica 2. Čelik Vidar 1 ESR

Proizvođač	Uddeholm
Oznaka	Vidar 1 ESR
Oznaka prema EN 10027-1	X37CrMoV5-1
Kemijski sastav	0,38% C, 1,0% Si, 0,4% Mn, 5,0% Cr, 1,3% Mo, 0,4% V

Ovdje se također radi o alatnom čeliku za topli rad.

Karakteriziraju ga visoka čvrstoća i žilavost kao i otpornost na toplinski umor.

Tokom proizvodnje, prvo je bio podvrgnut žarenju za redukciju zaostalih naprežanja i sferoidizacijskom žarenju. Temperatura austenitizacije mu je 990-1100°C. Popušta se u temperaturnom intervalu od 425-550°C. Preporuča se popuštati dva puta. Čelik je proizveden postupkom pretaljivanja pod troskom (ESR).[14]



Slika 24. Utjecaj temperature austenitizacije čelika Vidar 1 ESR na veličinu zrna, tvrdoću i udjel zaostalog austenita [14]

3.1.1.3 Čelik K 390 PM Böhler

Tablica 3. Čelik K 390 PM

Proizvođač	Böhler
Oznaka	K 390 PM (Microclean)
Oznaka prema EN 10027-1	/
Kemijski sastav	2,47%C, 0,55%Si, 0,4%Mn, 4,2%Cr, 3,8%Mo, 9%V, 1%W, 2%Co

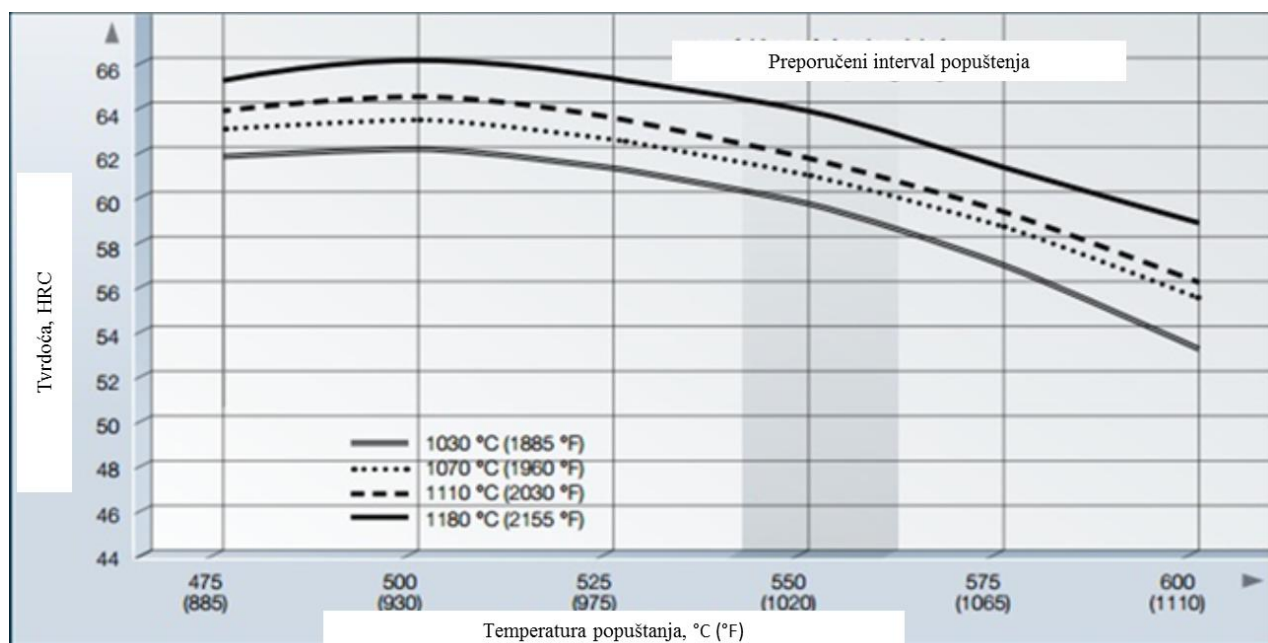
Ovdje se radi o alatnom čeliku za hladni rad.

Primjenjuje se za injekcijsko prešanje polimera, a primarno za rezne alate u industriji kartona, papira i reciklaže.

Proizveden je postupkom praškaste metalurgije i svojim svojstvima se značajno ističe od drugih čelika sličnog sastava. Karakterizira ga ujednačenost svojstava, visoka čvrstoća i žilavost kao i posebno velika otpornost abrazivskom trošenju zbog velikog udjela vanadija koji pogoduje stvaranju tvrdih karbida.

Prije kaljenja i popuštanja žaren je za redukciju zaostalih naprezanja te je provedeno sferoidizacijsko žarenje. Temperatura austenitizacije mu je 1030-1180°C. Popušta se u temperaturnom intervalu od 475-550°C. Preporuča se trostruko popuštanje. [15]

Čelik K390 se uobičajeno ne nitrira prije prevlačenja.



Slika 25. Dijagram popuštanja čelika K390 [15]

3.1.1.4 Čelik K 110 Böhler

Tablica 4. Čelik K 110

Proizvođač	Böhler
Oznaka	K 110
Oznaka prema EN 10027-1	X155CrVMo12-1
Kemijski sastav	1,55%C, 0,3%Si, 0,3%Mn, 11,3%Cr, 0,75%Mo, 0,75%V

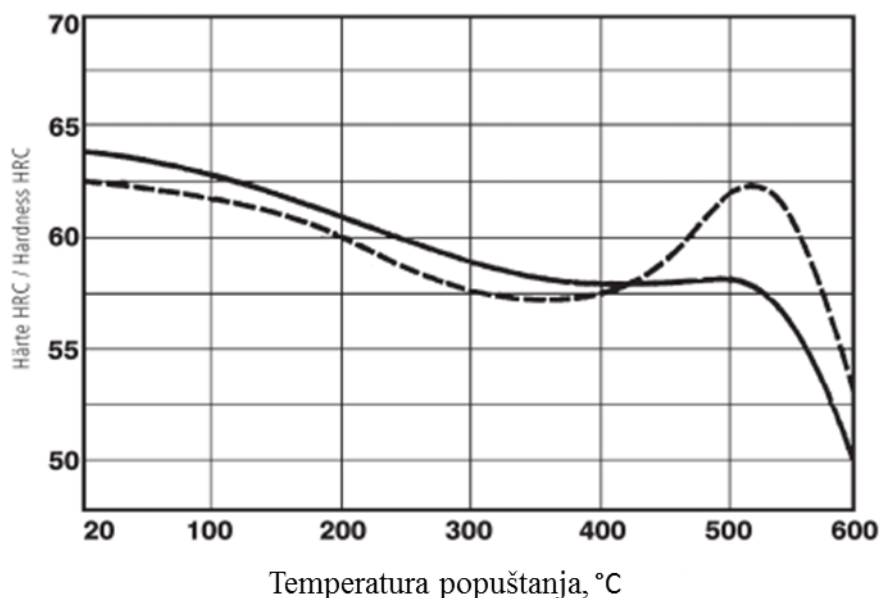
Ovdje je također riječ o alatnom čeliku za hladni rad.

Radi se o dimenzijski stabilnom čeliku visoke čvrstoće s velikim udjelom kroma. Može se zaključiti da će u njegovom slučaju biti riječ o visokom udjelu karbida.

Primjenjuje se za raznorazne noževe i rezne alate, hladnu ekstruziju, mjerne alate, alate za prešanje keramike u farmaceutskoj industriji te alate za lijevanje polimera gdje je potrebna velika otpornost na trošenje.

Prije kaljenja i popuštanja žaren je za redukciju zaostalih naprezanja te je provedeno sferoidizacijsko žarenje. Temperatura austenitizacije mu je 1020-1040°C. Popušta se u temperaturnom intervalu od 200-300°C. [16]

Na dijagramu popuštanja vidi se očiti porast tvrdoće zbog sekundarnog otvrdnuća.



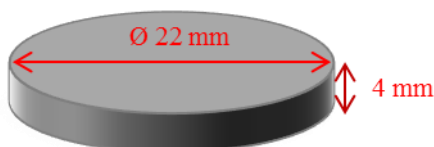
Slika 26. Dijagram popuštanja čelika K110 [16]

3.2 Uzorci za laboratorijska ispitivanja

Od gore navedenih čelika izrađeni su uzorci za laboratorijska ispitivanja od kojih je svaki prošao određenu toplinsku obradu te postupak modificiranja i oplemenjivanja površine. Čelik K390 jedini nije bio nitriran prije prevlačenja.

U tablici 5. dano je konkretno stanje uzoraka na kojima su izvršena ispitivanja. Nad uzorcima u stanju osnovne toplinske obrade nisu provedena ispitivanja mikrotvrdoće i mikrostrukture jer je cilj bio vidjeti utjecaj prevlake i podloge na eksploatacijske karakteristike čelika.

Svakom čeliku dodijeljeno je slovo, a ovisno o broju pored slova zna se o kakvom je stanju površine riječ. Uzorci su oblika diska dimenzija Ø22mm x 4mm.



Slika 27. Skica uzorka

Tablica 5. Uzorci s oznakama i stanjem površine

Proizvođač/Oznaka	Oznaka prema EN 10027-1	Oznaka uzorka	Stanje površine
KIND&Co. RPU-ESU	X38CrMoV5-3	A0	Osnovna TO
		A1	Nitrirano
		A2	TiCN Prevlaka
		A3	TiBN Prevlaka
Uddeholm Vidar 1 ESR	X37CrMoV5-1	B0	Osnovna TO
		B1	Nitrirano
		B2	TiCN Prevlaka
		B3	TiBN Prevlaka
Böhler K 390 PM (Microclean)	/	C0	Osnovna TO
		C2	TiCN Prevlaka
		C3	TiBN Prevlaka
Böhler K 110	X155CrVMo12-1	D0	Osnovna TO
		D1	Nitrirano
		D2	TiCN Prevlaka
		D3	TiBN Prevlaka

Parametri konkretne toplinske obrade pojedinih uzoraka dani su u idućim tablicama.

Tablica 6. Parametri toplinske i površinske obrade čelika RPU-ESU

Proizvođač /Oznaka	Toplinska obrada		Oznaka uzorka
	Osnovna	Površinska	
KIND&Co. RPU-ESU	$\vartheta_a = 1060^\circ\text{C}$ 1. $\vartheta_p = 620^\circ\text{C}$ 2. $\vartheta_p = 570^\circ\text{C}$	Osnovna TO	A0
		Nitrirano 500°C / 6h 5% N ₂	A1
		6h nitrirano sa 5%N ₂ + 1,5 h TiN + 0,5h prijelaz + TiCN prevlaka 500°C / 6 h	A2
		TiBN prevlaka= nitriranje 500°C/6h sa 5%N ₂ + TiN/2h + TiBN (43 sloja TiN – TiB ₂) /7,5h	A3

Tablica 7. Parametri toplinske i površinske obrade čelika Vidar 1 ESR

Proizvođač /Oznaka	Toplinska obrada		Oznaka uzorka
	Osnovna	Površinska	
Uddeholm Vidar 1 ESR	$\vartheta_a = 1010^\circ\text{C}$ 1. $\vartheta_p = 500^\circ\text{C}$ 2. $\vartheta_p = 570^\circ\text{C}$	Osnovna TO	B0
		Nitrirano 500°C / 6h 5% N ₂	B1
		6h nitrirano sa 5%N ₂ + 1,5 h TiN + 0,5h prijelaz + TiCN prevlaka 500°C / 6 h	B2
		TiBN prevlaka= nitriranje 500°C/6h sa 5%N ₂ + TiN/2h + TiBN (43 sloja TiN – TiB ₂) /7,5h	B3

Tablica 8. Parametri toplinske i površinske obrade čelika K 390

Proizvođač /Oznaka	Toplinska obrada		Oznaka uzorka
	Osnovna	Površinska	
Böhler K 390 PM (Microclean)	$\vartheta_a = 1180^\circ\text{C}$ 1. $\vartheta_p = 500^\circ\text{C}$ 2. $\vartheta_p = 570^\circ\text{C}$	Osnovna TO	C0
		TiN/1,5h + 0,5 h prijelaz + TiCN prevlaka 500°C / 4,5 h	C2
		TiBN prevlaka = TiN / 2h + TiBN (84 sloja TiN – TiB ₂) / 7,5h	C3

Tablica 9. Parametri toplinske i površinske obrade čelika K 110

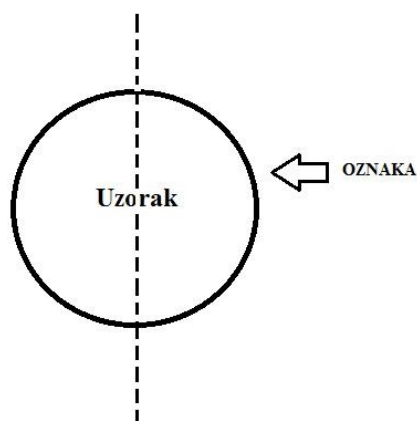
Proizvođač /Oznaka	Toplinska obrada		Oznaka uzorka
	Osnovna	Površinska	
Böhler K 110	$\vartheta_a = 1030^\circ\text{C}$ $\vartheta_p = 200^\circ\text{C}$ $\vartheta_a = 1070^\circ\text{C}$ 1. $\vartheta_p = 520^\circ\text{C}$ 2. $\vartheta_p = 540^\circ\text{C}$	Osnovna TO	D0
		Nitrirano 480°C / 3 h 10% N ₂	D1
		Nitriranje 3h na 500°C sa 40% N ₂ + TiN/1,5h + 0,5 prijelaz + TiCN/6h	D2
		TiBN prevlaka = nitriranje 500°C/3h sa 40% N ₂ + TiN / 2h + TiBN (43 sloja TiN – TiB ₂) / 7,5h	D3

3.3 Metalografska ispitivanja

Prvo od dva ispitivanja koje se provelo na alatnim čelicima jest ispitivanje mikrostrukture. Provodilo se u svrhu analize mikrostrukture čelika i još važnije, strukture, izgleda, prionjivosti i debljine nitriranog sloja.

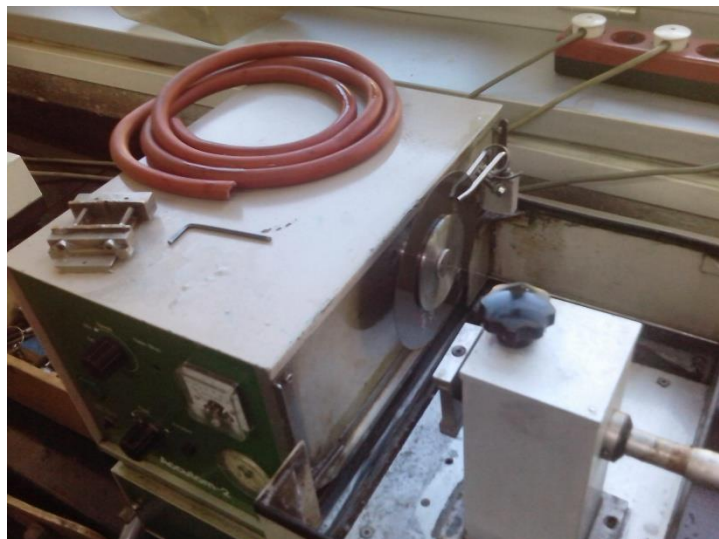
3.3.1 Priprema uzoraka za metalografsko ispitivanje

Potrebno je bilo svaki od uzoraka pripremiti za ispitivanje. Kako je već spomenuto uzorci su u obliku diska, a kako je cilj bio odrediti strukturu i svojstva prevlake bilo ih je potrebno prerezati po poprečnom presjeku. Prethodno su na uzorke ugravirane oznake(A1,C3,...) i to po vanjskom rubu koji neće biti prerezan kako bi bile vidljive nakon ulijevanja u masu. Na skici je isprekidanom crtom označen rez. Skica je crtana u tlocrtu, slika 28..



Slika 28. Skica uzorka prije rezanja

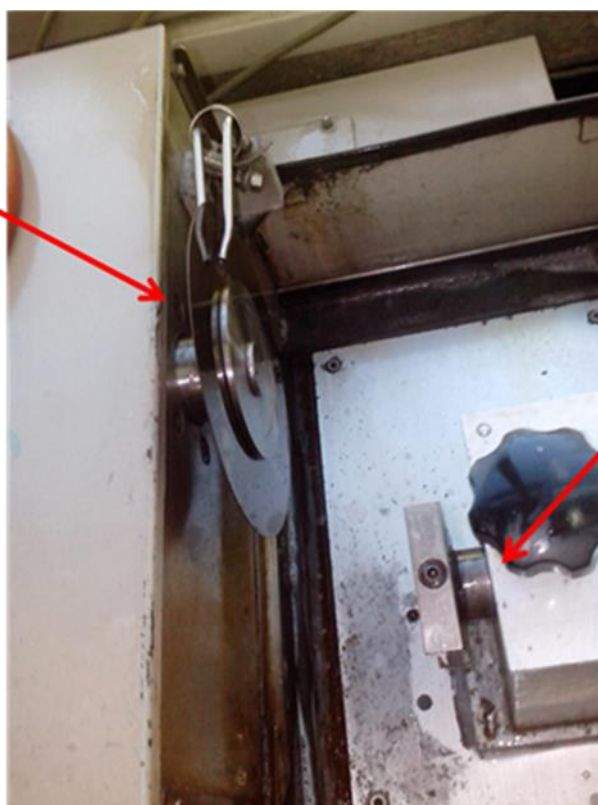
Uzorci su prerezani mikrorezalicom u laboratoriju za metalografiju na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Mikrorezalica je marke *Struers*, model *Accutom-2*. Karakterizira je vodeno hlađenje zbog velike brzine vrtnje i zagrijavanja tokom rezanja (3000 okr./min). Ima reznu ploču s dijamantnim vrhom. Rezne ploče su također marke *Struers*, model *Diamond Cut-off Wheel MID13*. Kako su uzorci relativno tvrdi rezanje svakoga je dosta potrajalo.



Slika 29. Mikrorezalica

Uzorak na mjestu pod oštricom drži škripac s imbus navojem koja je vidljiva na slici 29. na vrhu stroja. Na slici 30. je prikazana oštrica i mjesto reza izbliza. Jednom kad rezanje počne taj dio se stavlja pod prozirnu zaštitu.

Rezna ploča



Škripac

Slika 30. Oštrica i rezo mjesto mikrorezalice

Potom se u laboratoriju izvršilo ulijevanje uzoraka u polimernu masu radi lakšeg rukovanja i zaštite uzoraka. Uzorci su izliveni u dvije mase. U jednoj je bilo tri, a u drugoj četiri uzoraka i to

tako da je prerezani rub bio na površini i izložen okolini. Razlog tomu je da se omogući brušenje istih, promatranje pod mikroskopom te kasnije ispitivanje mikrotvrdoće.



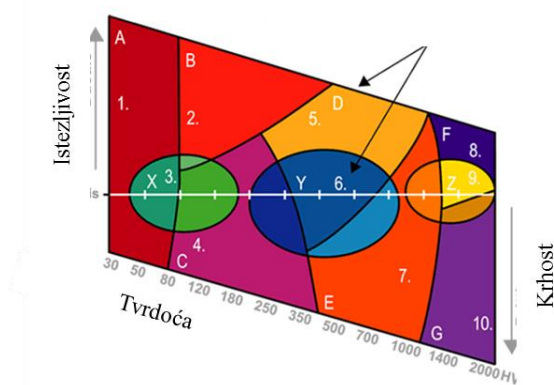
Slika 31. Hidraulička preša s grijačem

Uzorci su postavljeni u hidrauličku prešu s grijačem marke *Pneumet* te je u kalupni otvor umetnuta mjera polimernog materijala u koji će uzorci biti zaliveni, slika 31..

Materijal je Poli(Metil metakrilat), marke *Buehler*, trgovačko naziva *Transoptic powder*. [17]

Nakon što su uzorci izliveni moglo se pristupiti brušenju i poliranju. Ono se radi kako bi uzorci bili sjajne i glatke površine za promatranje pod mikroskopom.

Procedura za određivanje postupka i redoslijeda brušenja zasniva se na iskustvenom dijagramu koji se naziva *Metalogram*, tvrtke *Struers* i koji služi kao pomoć u metalografskom laboratoriju prilikom pripreme uzorka. Kako u laboratoriju postoji pristup raznim pločama za brušenje i poliranje razne kvalitete površine, potrebno je odrediti koje će se koristiti, koliko dugo i pod kojom silom pritiska. Ovisno o prosječnoj tvrdoći uzoraka i duktilnosti gleda se u koje područje metalograma upada te potom koja je procedura pojedinog područja.



Slika 32. Metalogram [18]

Uzorci pripadaju u područje E i prema metalogramu postupak je dan u sljedećim tablicama.

Tablica 10. Parametri postupka brušenja [19]

Grinding		
Step	PG	FG
Surface	MD-Piano 120	MD-Allegro
Abrasive	Diamond	DP-Suspension
Grit/ Grain size	-	9 μm
Lubricant	Water	Green / Blue
[rpm]	300	150
Force [N]	180	180
Time [min]	Until plane	4

Tablica 11. Parametri postupka poliranja [19]

Polishing			
Step	DP 1	DP 2	OP
Surface	MD-Dur	MD-Nap	MD-Chem
Abrasive	DP-Suspension	DP-Suspension	OP-S or OP-U
Grain size	6 μm	1 μm	-
Lubricant	Green / Blue	Green / Blue	-
[rpm]	150	150	150
Force [N]	180	150	90
Time [min]	4	3	1

Iz tablica 10. i 11. može se vidjeti nekoliko važnih parametara. Osim sile pritiska, okretaja brusilice u minuti i vremena pojedinog brušenja, vidi se i ime ploče koja mora biti za dani korak korištena. Prvo brušenje se radi dok ne dođemo do jednoliko izbrušene površine i vrijeme mu ovisi o procjeni laboranta. Slova MD u nazivu brusnih ploča su kratica od fraze *Magnetic Disk* i ukazuju na disk na brusilici na koji se ploča stavlja. U tablicama su vidljivi također i podatci o veličina zrna brusnih ploča kao i potrebno mazivo za pojedini korak.

Poliranje je relativno kompliciranije. Potrebno je koristiti dijamantnu pastu kao abraziv za finu obradu površine. Ploče za poliranje izrađene su mahom od jako finih materijala (svileno tkanje, neopren, tkanje od polimernih vlakana).

Brusilica je marke *Struers*, modela *DAP-V*. Karakterizira je vođeno hlađenje i mogućnost brušenja dva uzorka u isto vrijeme.

Nakon zadnjeg koraka laborant je procijenio da su uzorci nedovoljno izbrušeni pa je četvrti korak (poliranje) ponovljeno u trajanju od 1,5 minuta. Također, uslijedila je ručna dorada.



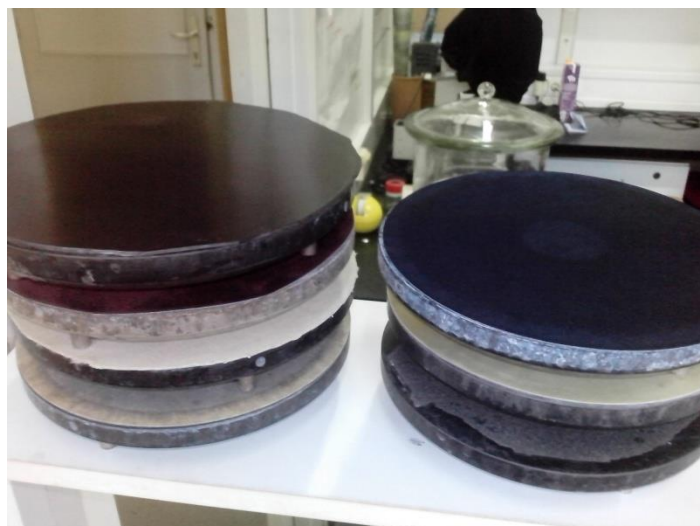
Slika 33. Brusilica za uzorke



Slika 34. Držač za uzorke na brusilici



Slika 35. Vodeno hlađenje rezne ploče



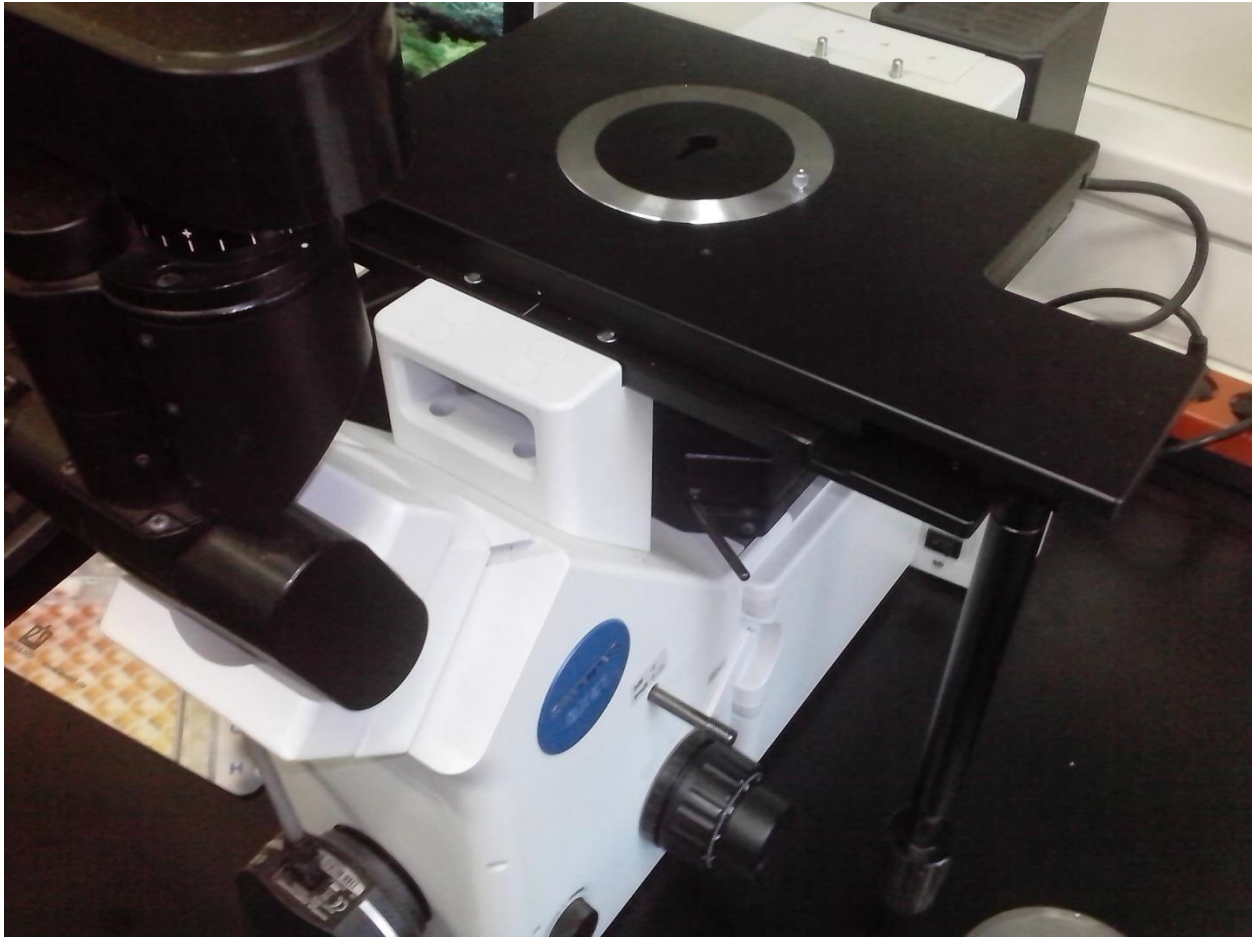
Slika 36. Ploče za rezanje

Nakon toga uzorci su nagriženi u otopini nitala. Nital je mješavina alkohola i dušične kiseline pogodna za nagrizanje ugljičnih čelika u svrhu raspoznavanja njihove mikrostrukture. Nakon toga uzorci su spremni za gledanje i slikanje pod mikroskopom.

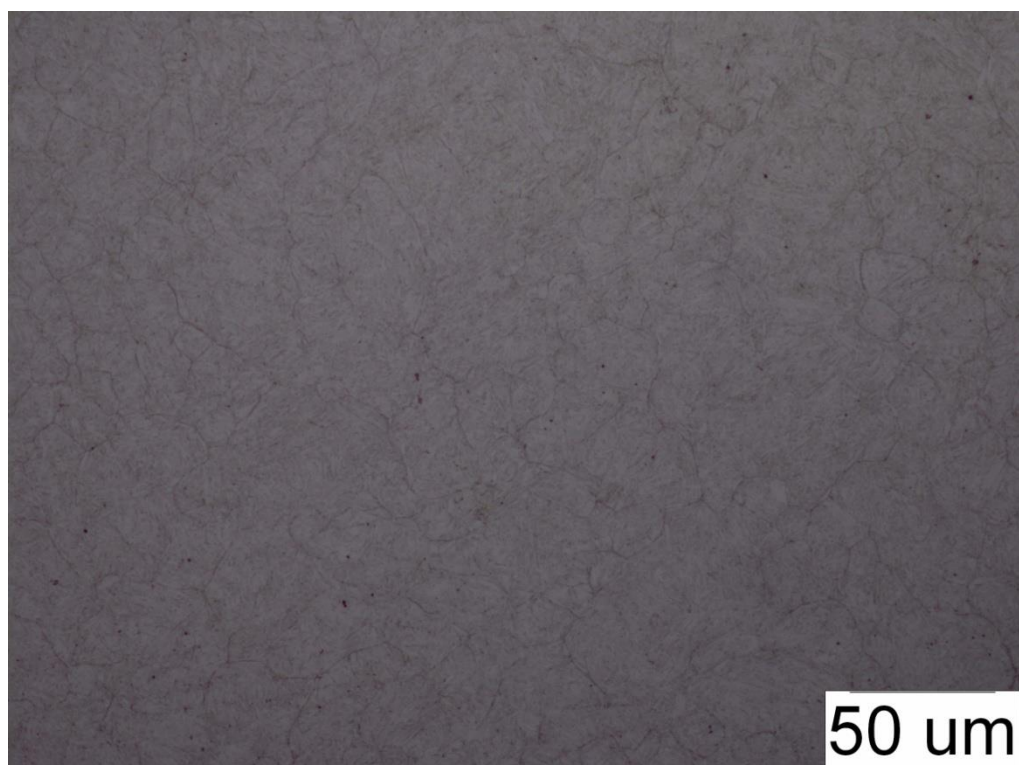
3.3.2 Analiza mikrostrukture

Nagriženi uzorci promatrani su pod svjetlosnim mikroskopom marke *Olympus GX51F*. Svaki uzorak slikan je četiri puta. Slikana je sredina uzorka i prevlaka, oboje s povećanjem 200x i 500x.

Prikazat će se samo veće povećanja radi boljeg raspoznavanja mikrostrukture.



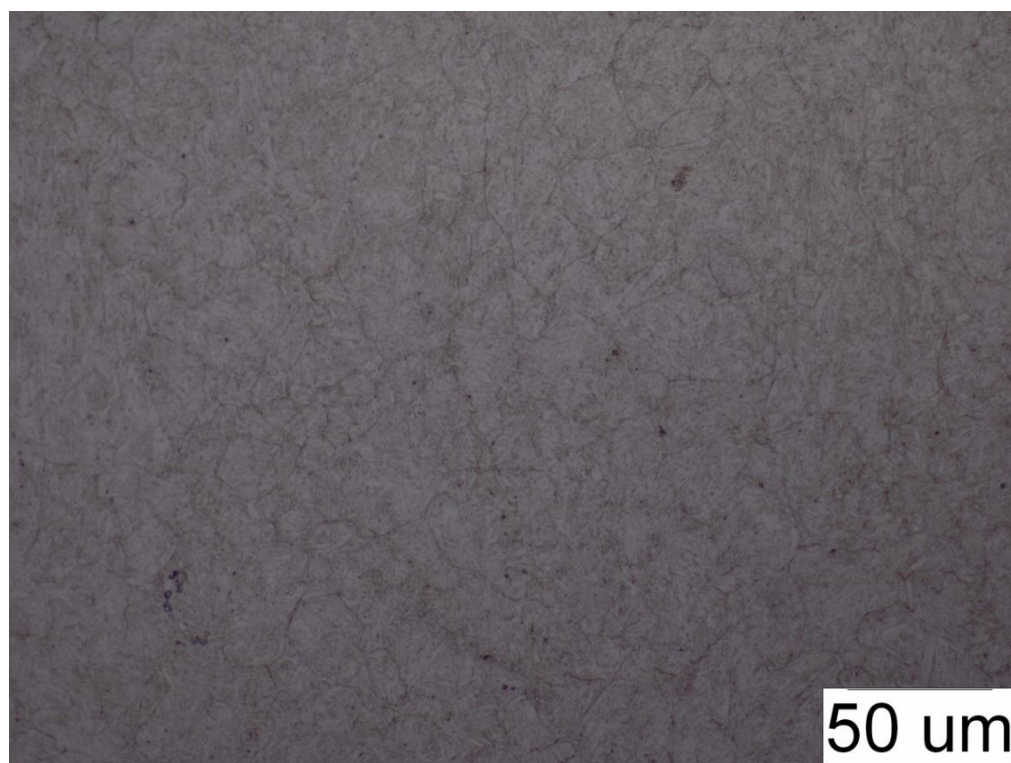
Slika 37. Svjetlosni mikroskop *Olympus GX51F*



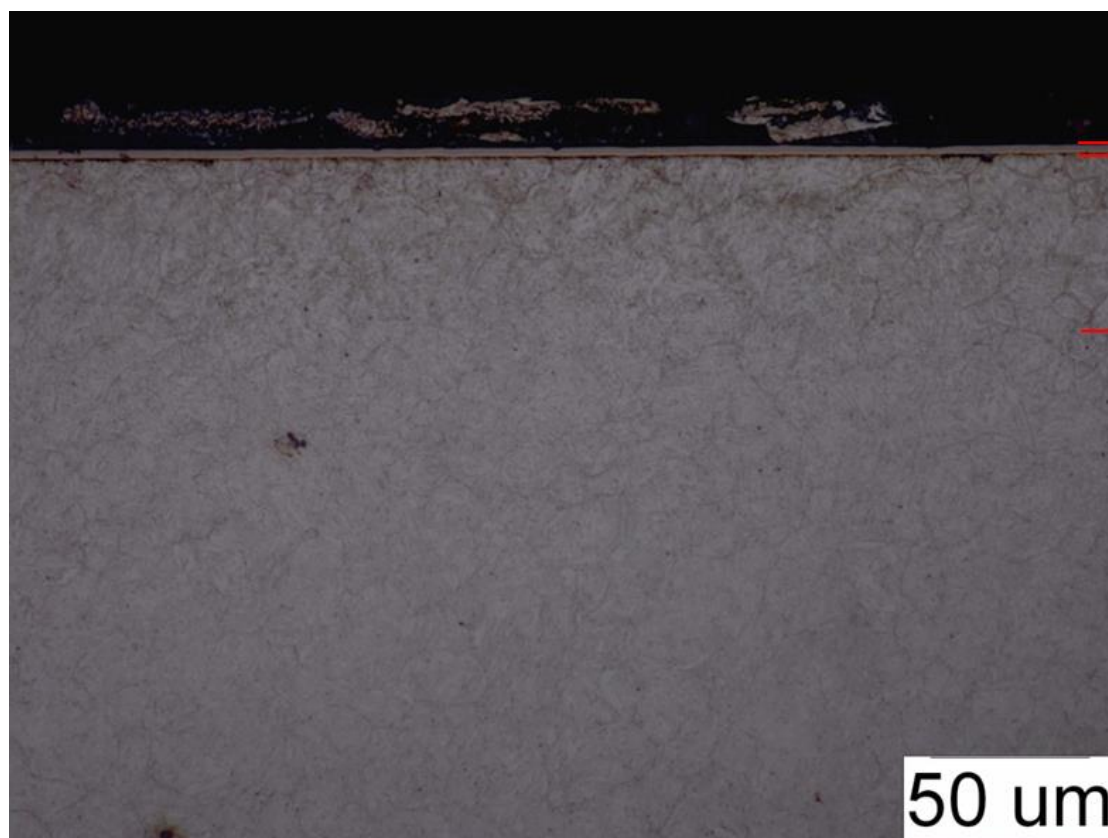
Slika 38. Sredina uzorka A1, nitrirano, povećanje 500x



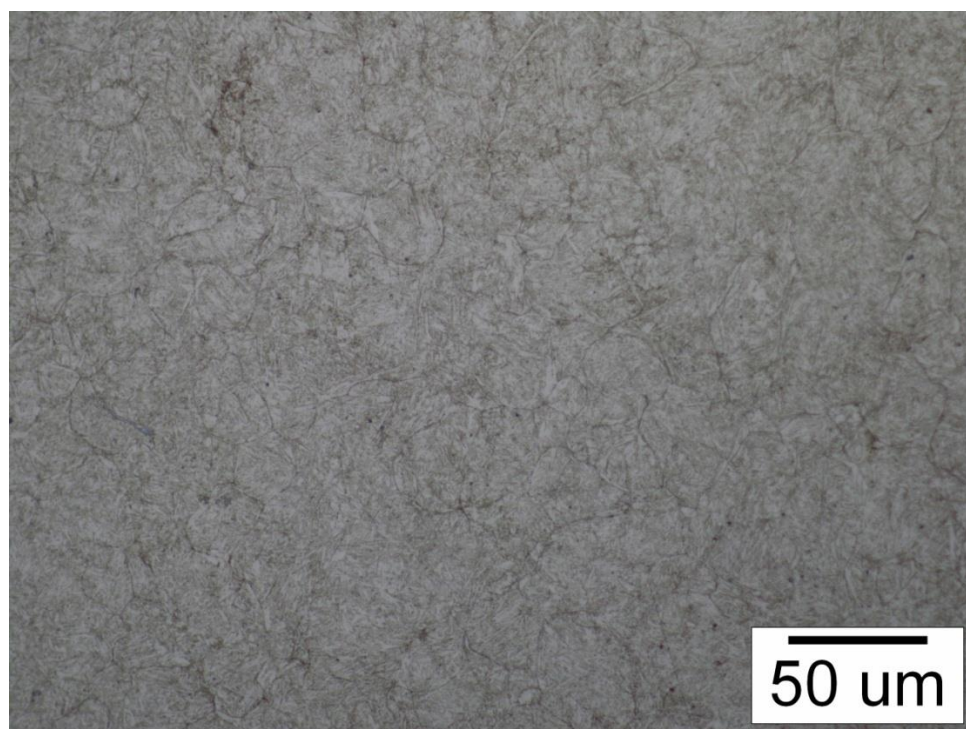
Slika 39. Površina uzorka A1, nitrirano, povećanje 500x



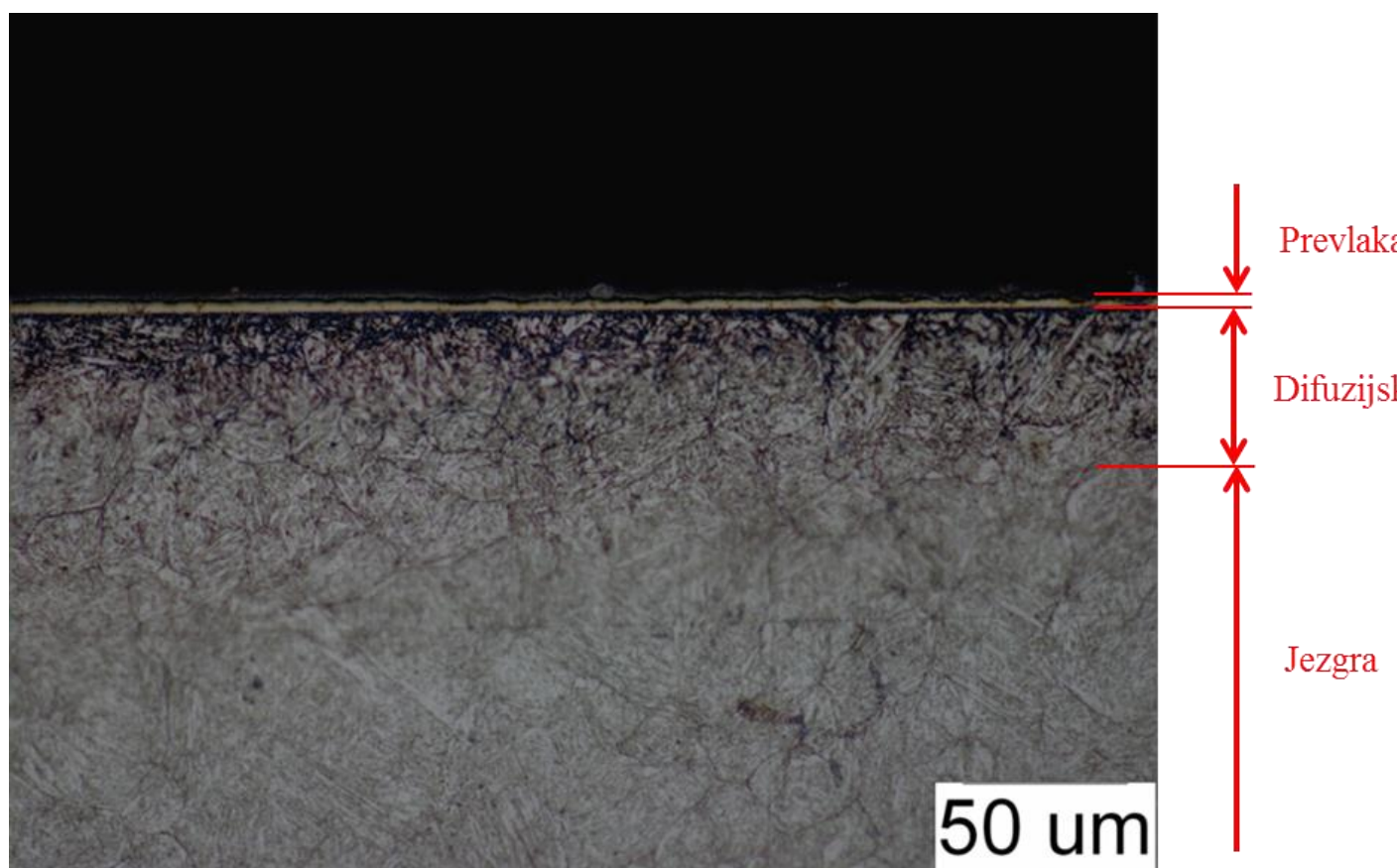
Slika 40. Sredina uzorka A2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



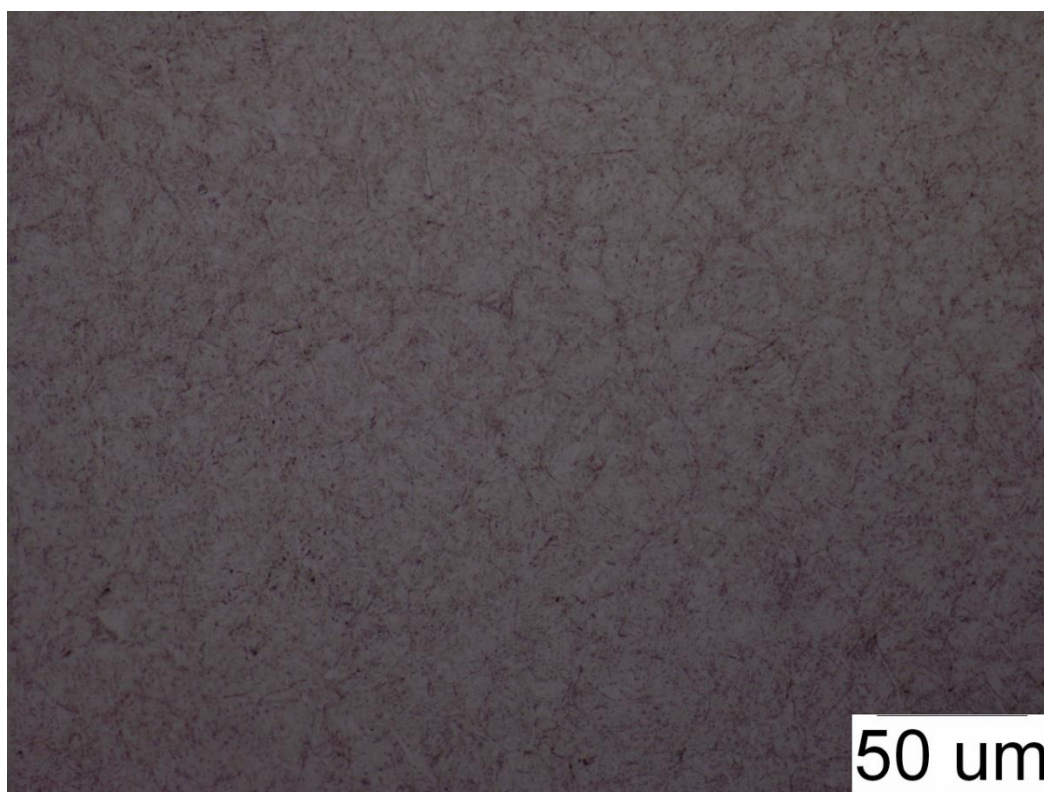
Slika 41. Površina uzorka A2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



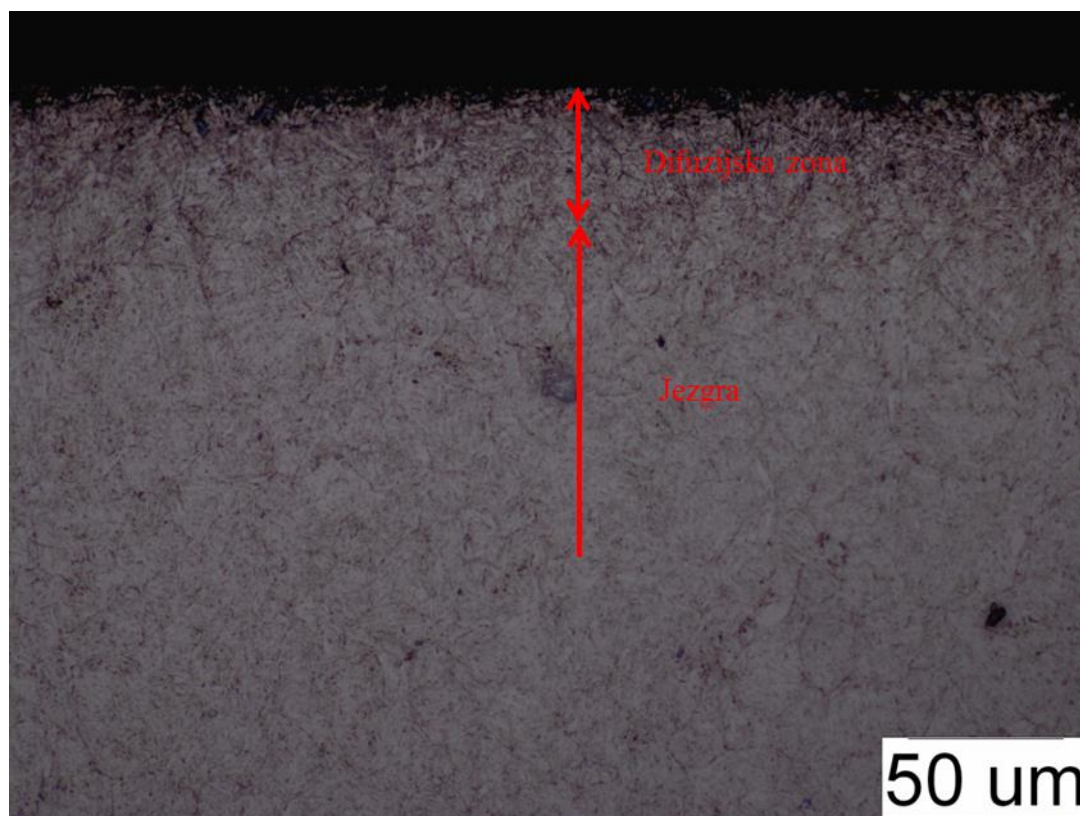
Slika 42. Sredina uzorka A3, prevlaka TiBN, povećanje 500x



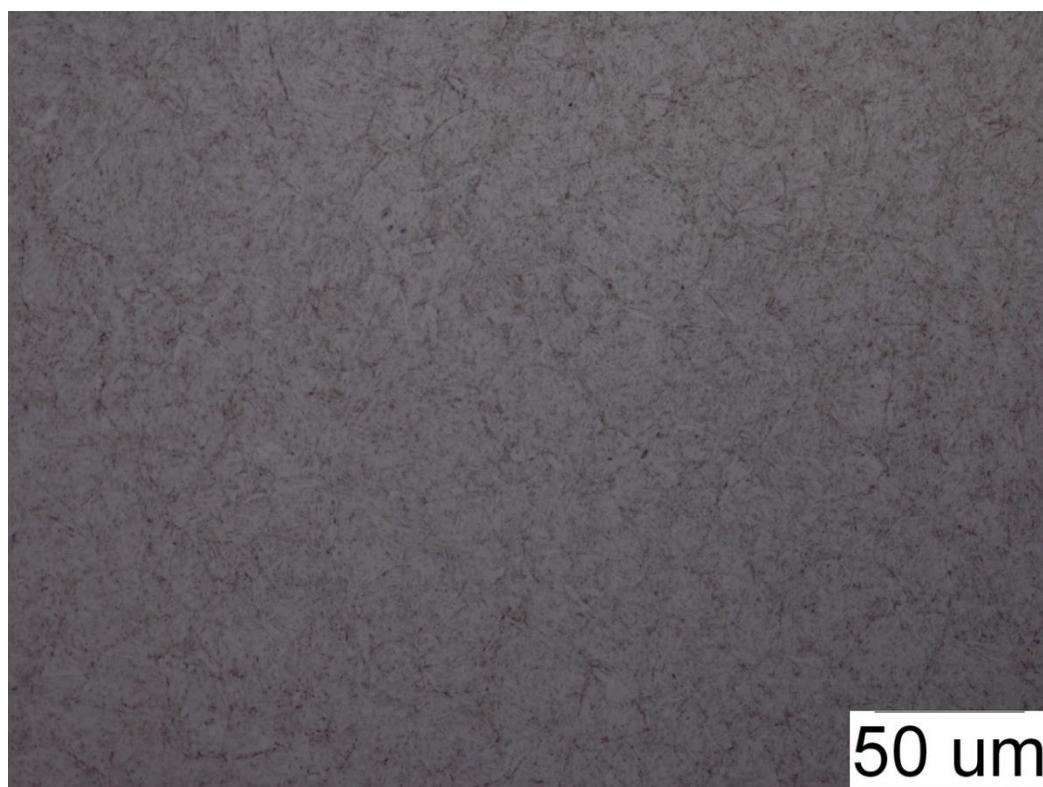
Slika 43. Površina uzorka A3, prevlaka TiBN, povećanje 500x



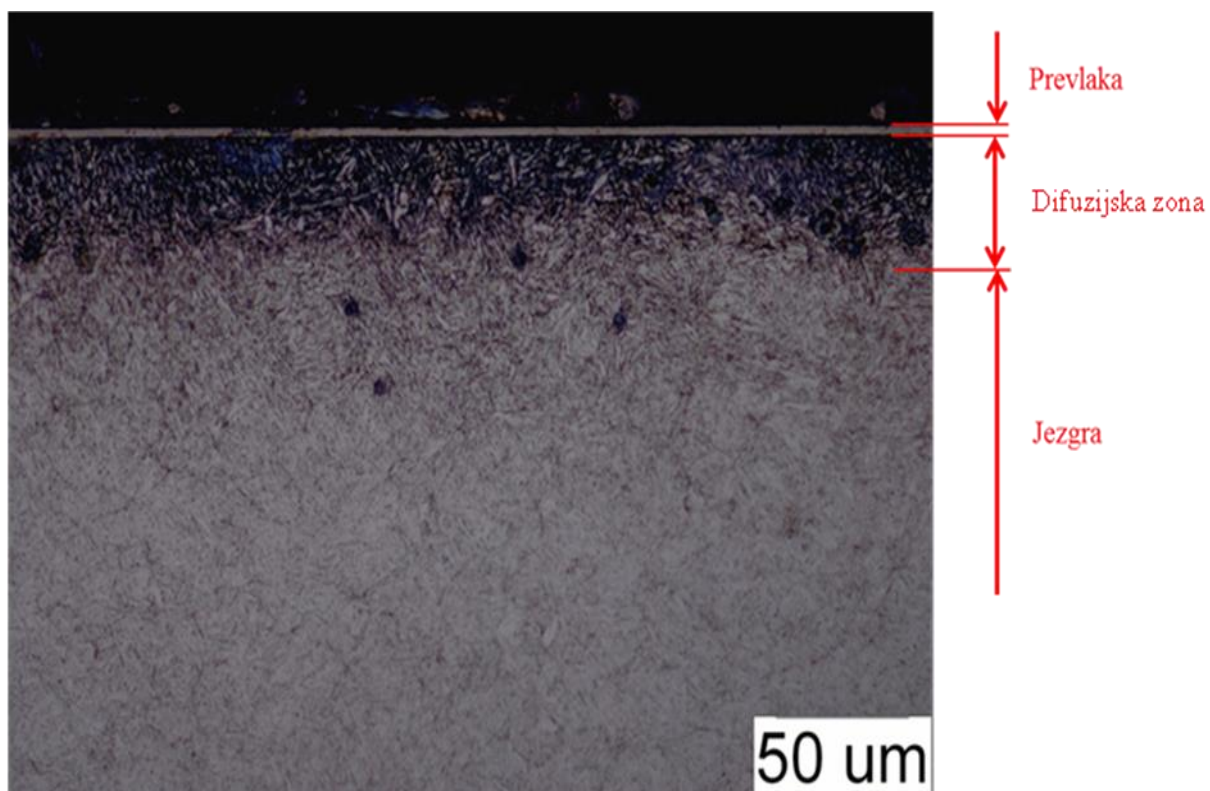
Slika 44. Sredina uzorka B1, nitrirano, povećanje 500x



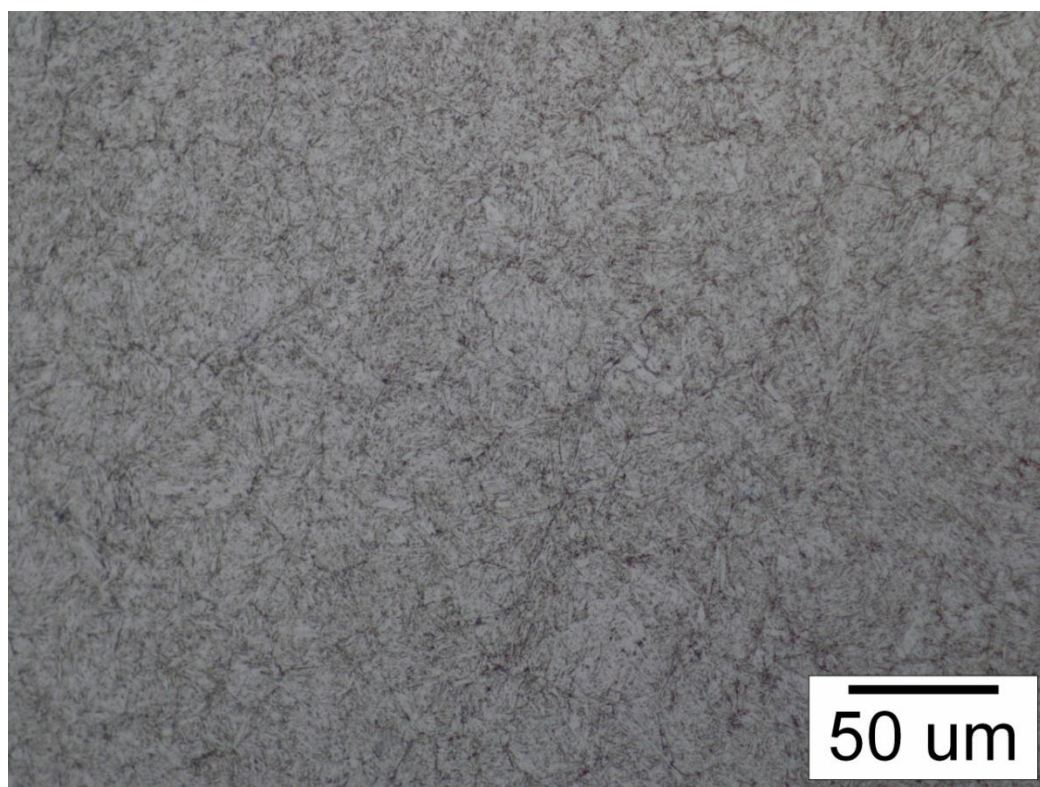
Slika 45. Površina uzorka B1, nitrirano, povećanje 500x



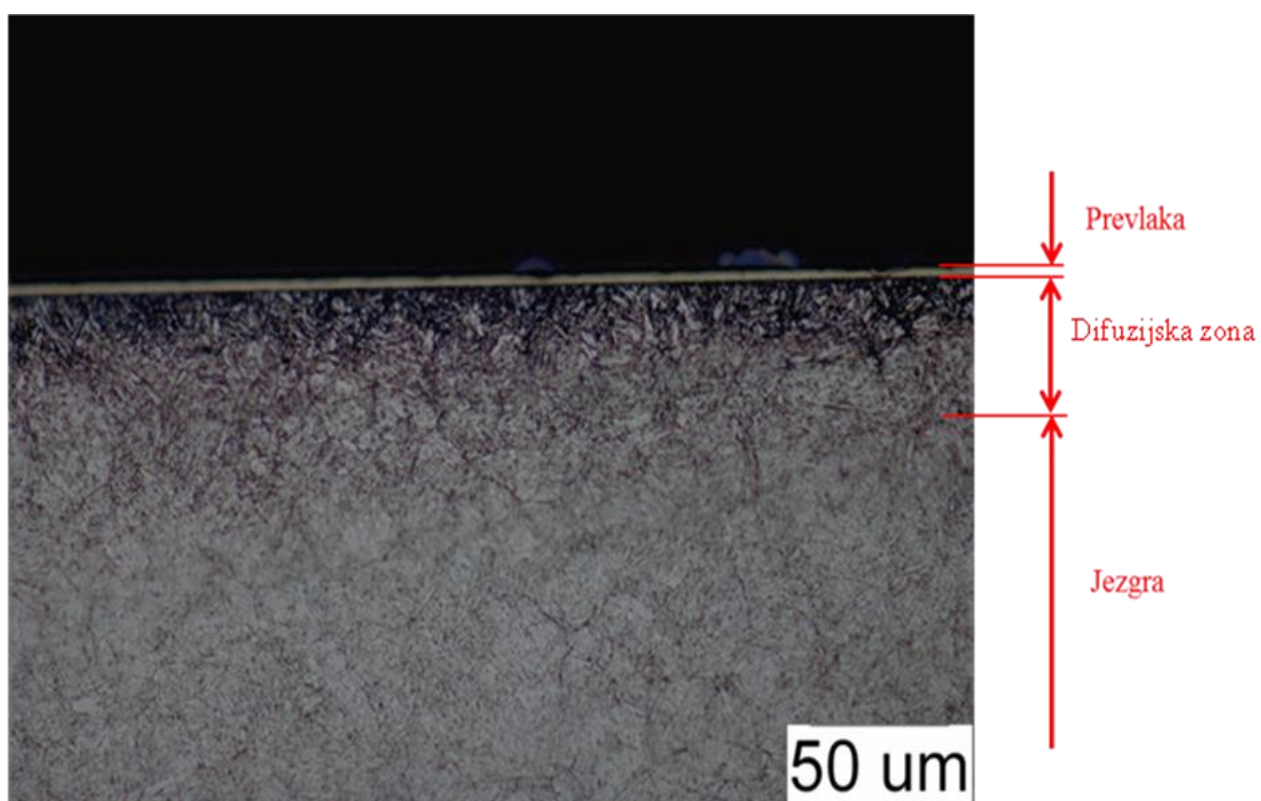
Slika 46. Sredina uzorka B2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



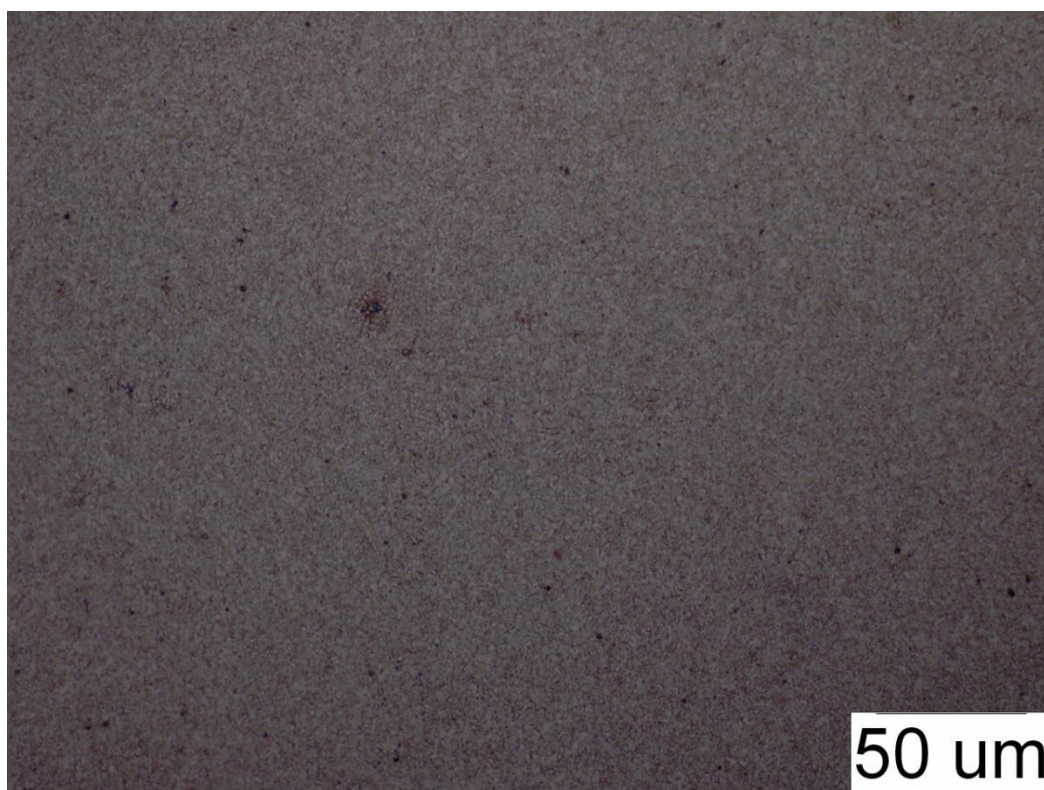
Slika 47. Površina uzorka B2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



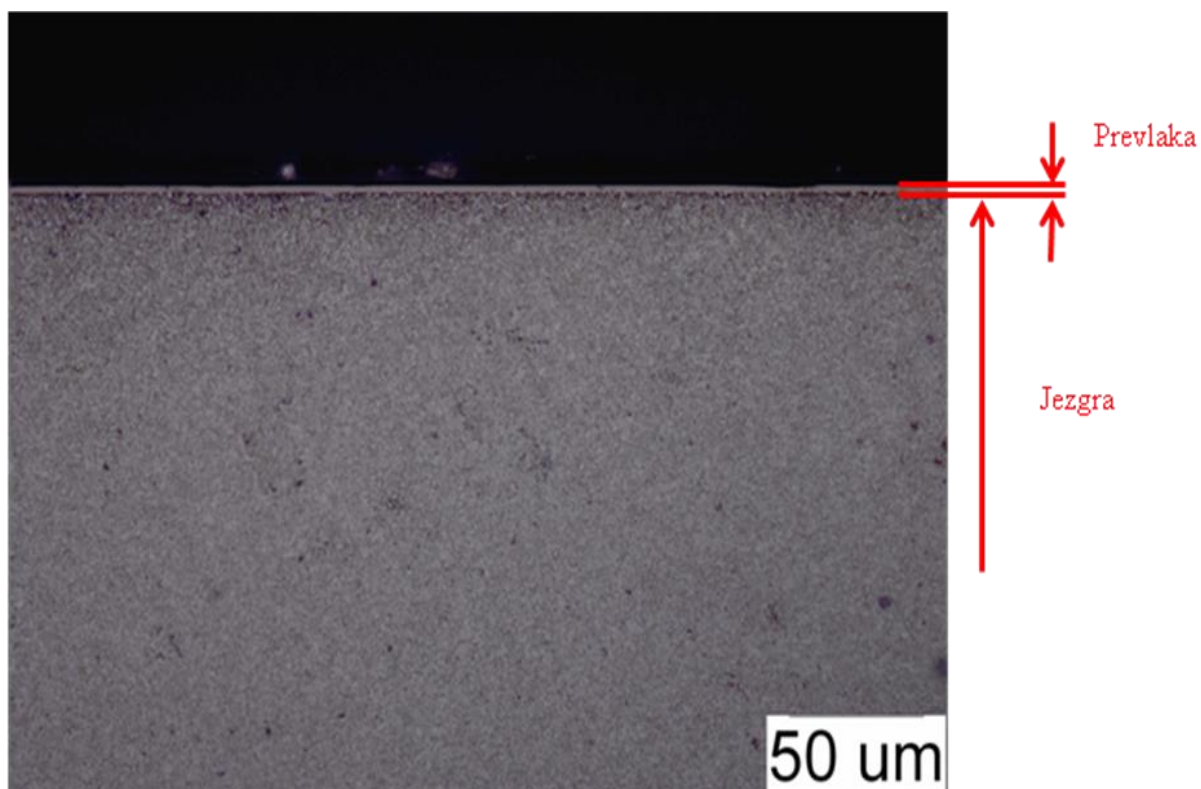
Slika 48. Sredina uzorka B3, prevlaka TiBN, povećanje 500x



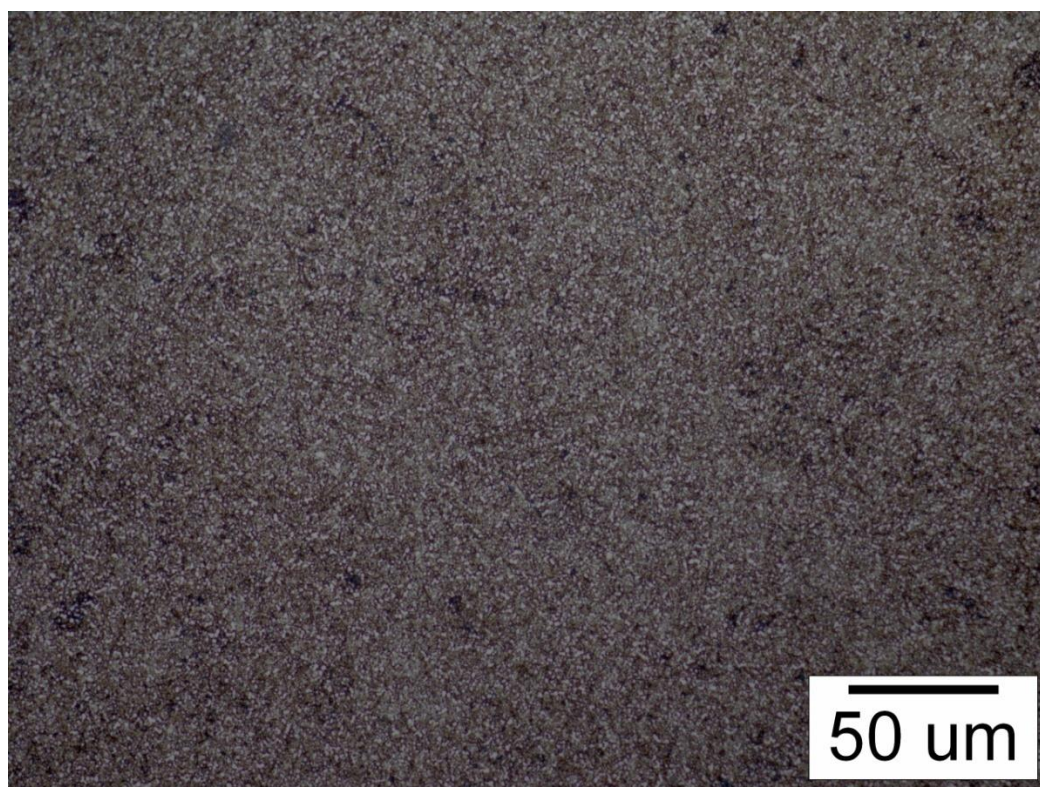
Slika 49. Površina uzorka B3, prevlaka TiBN, povećanje 500x



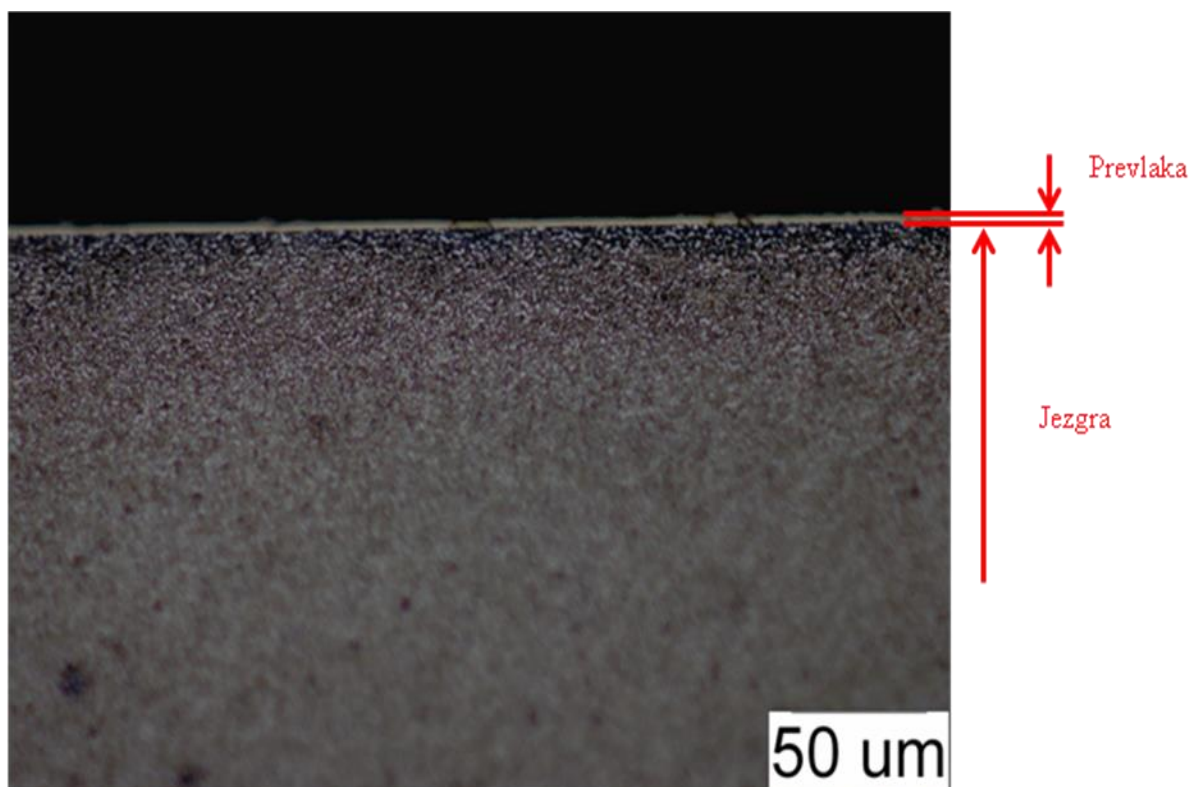
Slika 50. Sredina uzorka C2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



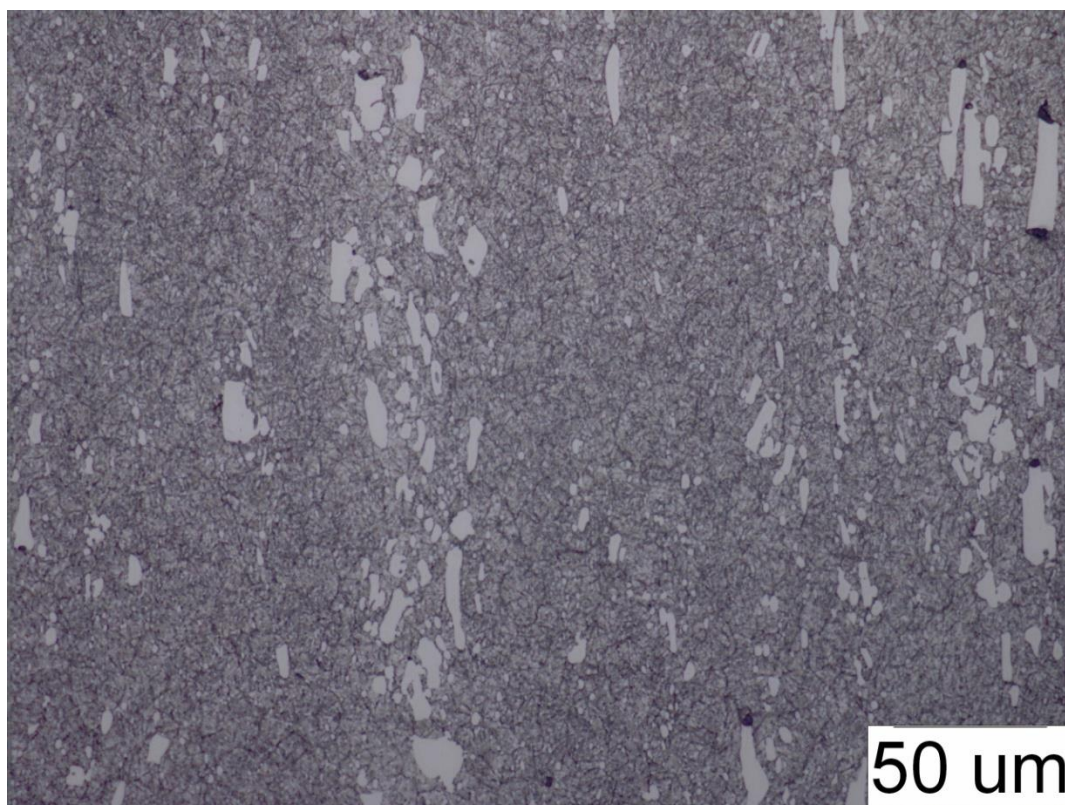
Slika 51. Površina uzorka C2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



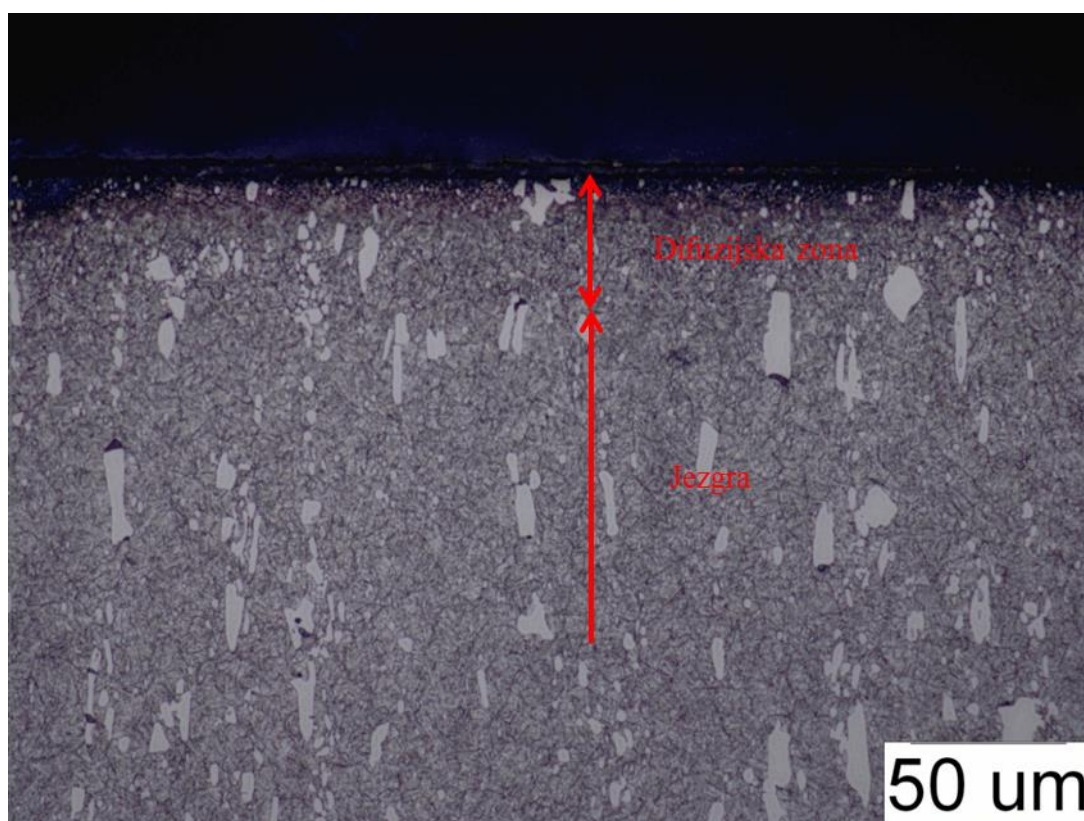
Slika 52. Sredina uzorka C3, prevlaka TiBN, povećanje 500x



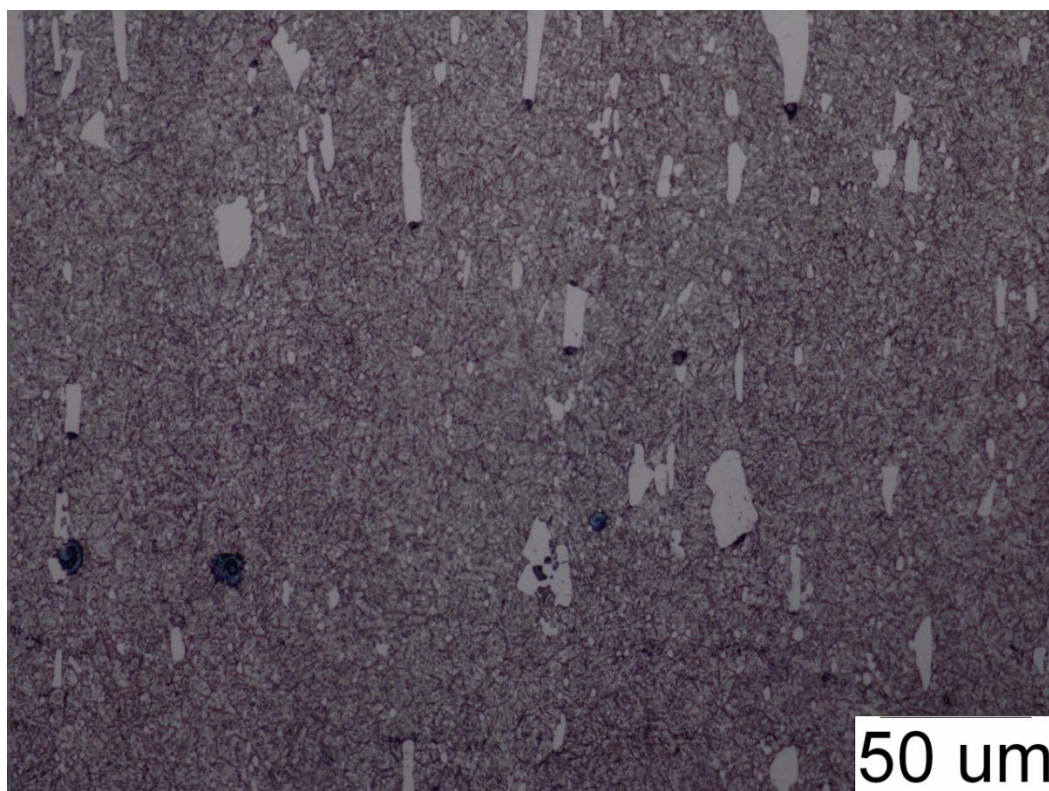
Slika 53. Površina uzorka C3, prevlaka TiBN, povećanje 500x



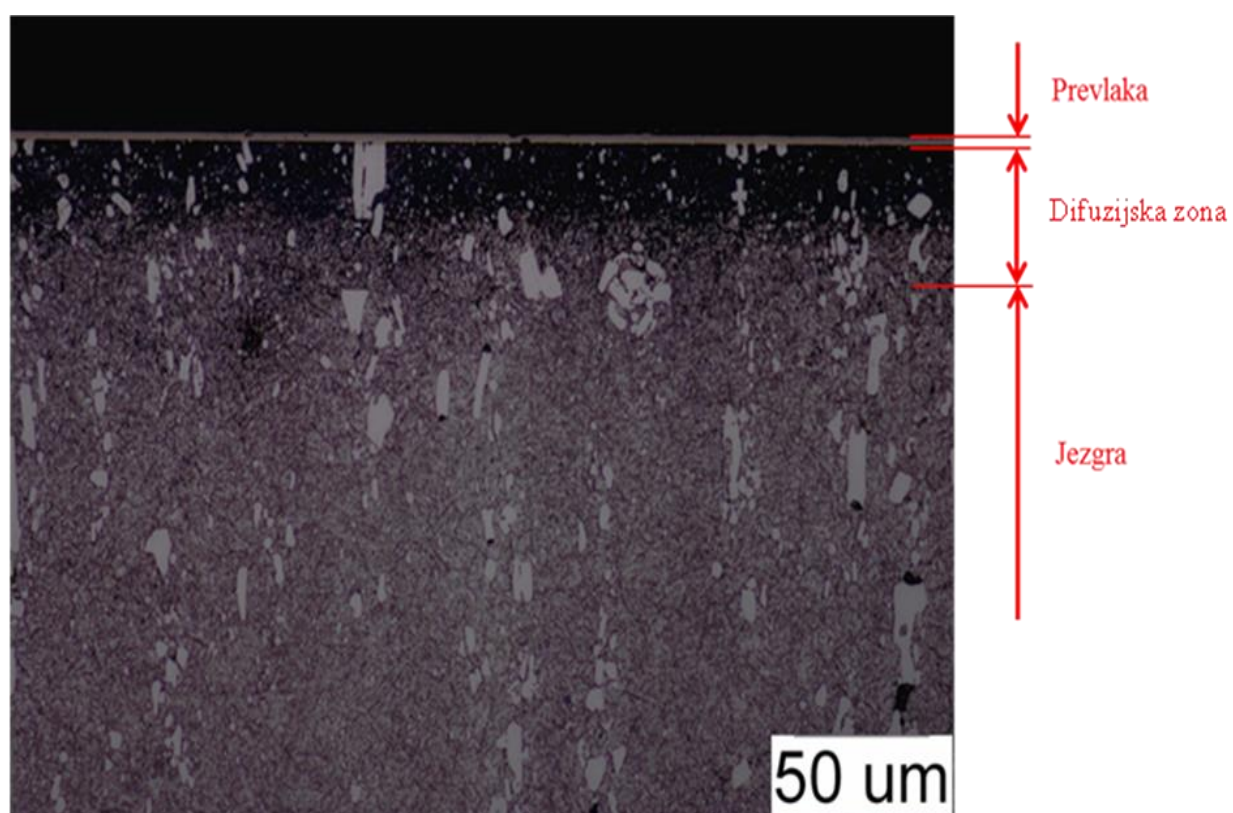
Slika 54. Površina uzorka D1, nitrirano, povećanje 500x



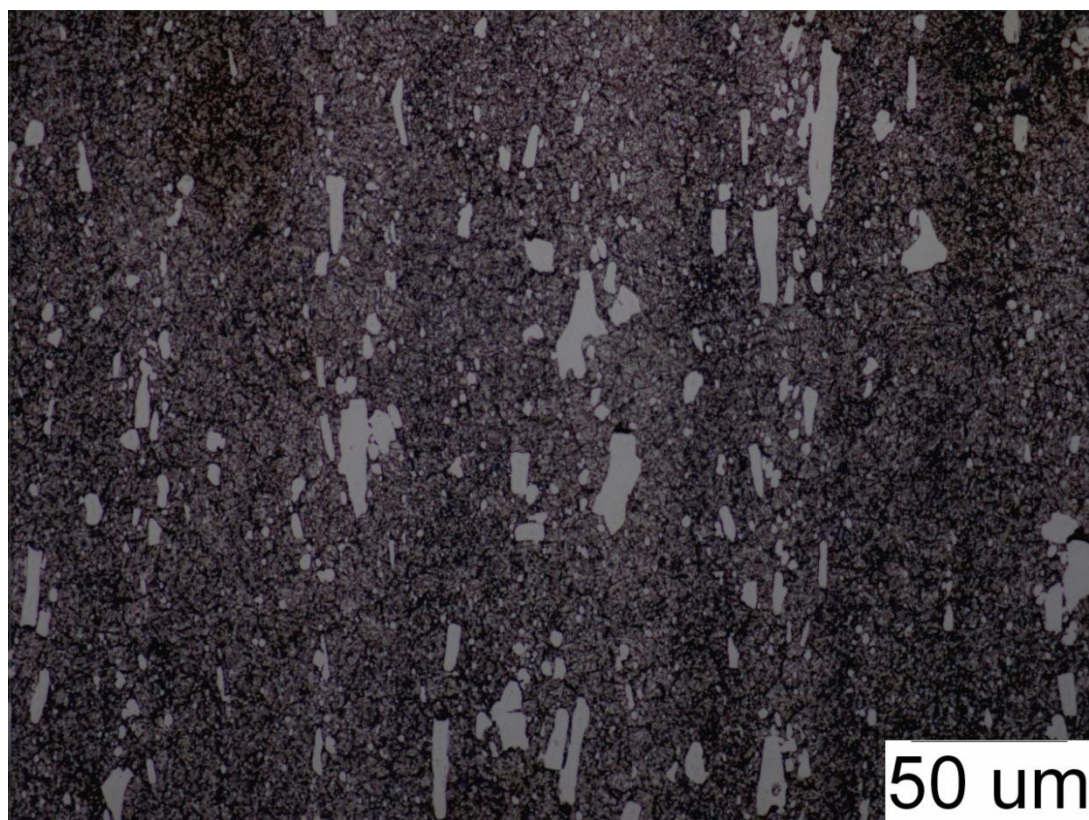
Slika 55. Uzorak D1, prevlaka, povećanje 500x



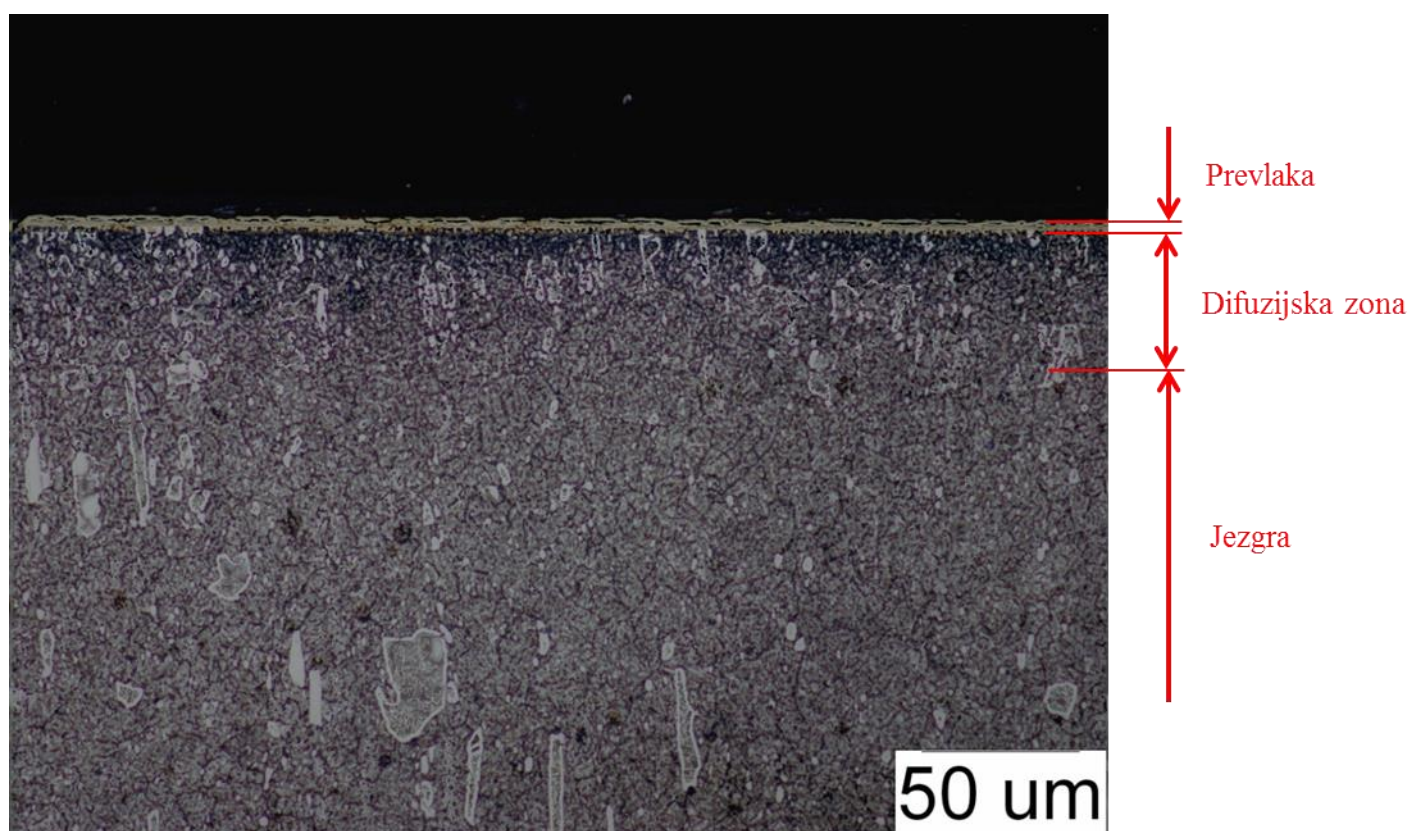
Slika 56. Sredina uzorka D2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



Slika 57. Površina uzorka D2, prevlaka TiCN, povećanje 500x



Slika 58. Sredina uzorka D3, prevlaka TiBN, povećanje 500x



Slika 59. Površina uzorka D3, prevlaka TiBN, povećanje 500x

Uzorci A1, A2, A3, B1, B2 i B3 alatni su čelici za topli rad. Sadržaj legirnih elemenata ukazuje na podeutektoidni karakter. Mikroskopski gledano, struktura je veoma ujednačena. Nitrirani uzorci imaju jasno vidljivu zonu difuzije koja se razaznaje po crnoj boji prodiranja nitala. Nastanak zone spojeva izbjegnut je podešavanjem parametara nitriranja u PACVD uređaja.

Uzorci C2, C3, D1, D2, D3 alatni su čelici za hladni rad i karakterizira ih podeutektički karakter. U njihovoj strukturi se nalaze raspoređeni karbide koji su nastali za vrijeme eutektičke pretvorbe. U ovom slučaju to su kromovi i vanadijevi karbidi. Posebno dolaze do izražaja uzorci čelika C2 i C3 napravljeni praškastom metalurgijom. Fino i ujednačeno raspoređeni u matrici martenzita i karbidi u njoj ukazuju na jednakost svojstava u svim smjerovima. Eutektički karbidi se posebno vide kod čelika iz skupine D.

Mikrostrukture alatnih čelika općenito ukazuju na svojstva visoke čvrstoće, tvrdoće i žilavosti. Količina i raspored karbida ukazuje na otpornost abrazijskom trošenju, a na uzorcima s dobro nanesenom i ujednačenom prevlakom na visoku kvalitetu površine tj. mali faktor trenja. To također ukazuje na otpornost adhezijskom trošenju.

Kod svih uzoraka koji su plazmatski nitrirani, sa ili bez prevlaka, vidljivi je nitrirani sloj. Također, kod uzoraka koji su prevučeni vidljive su uniformne prevlake bez znakova odvajanja prevlake od površine. Time se može zaključiti da su odabrani parametri plazmatskog nitriranja omogućili dobru prionjivost prevlaka. Postignuta debljina prevlaka je oko 3 - 4 μm .

3.4. Ispitivanja mikrotvrdoće

Uzorci nad kojima su provedena mikrostrukturna ispitivanja mogu biti korišteni za ispitivanje mikrotvrdoće, ali nad njima je zbog nagriženosti nužno ponoviti postupak poliranja. Još jedan razlog za ponovno poliranje jest zrcalnost površine koja je jako bitna zbog očitavanja otiska.

Mjerenje su se provodila Vickersovom metodom. Uređaj za mjerenje tvrdoće je indenter s ugrađenom kamerom. Indenter je dijamanta četverostrana piramida.

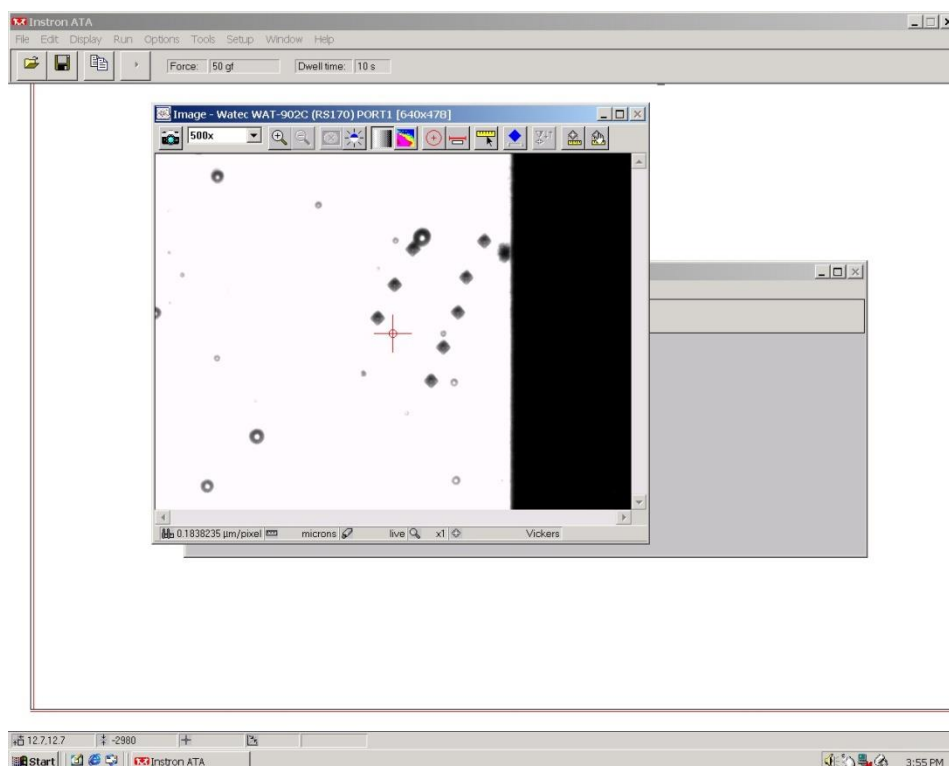
Kod ispitivanja je potrebno paziti na udaljenost između otiska i ruba uzorka kako bi se izbjegao utjecaj ruba i plastične deformacije na rezultat mjerenja. Najmanje udaljenosti za mjerenje nalaze se u standardima 180 6507-1 i ASTM E384 po kojima su mjerenja i rađena. Najmanja udaljenost između otisaka mora iznositi više od 3d (d je duljina dijagonale otiska). Najmanja udaljenost od centra otiska do njegovog ruba mora iznositi 2,5 x d. Debljina uzorka treba biti barem 8 puta veća od dubine utisnute četverostrane piramide. Trajanje povećanja sile do konačne vrijednosti iznosi 15s. Sila nije ograničena.

Uređaj na kojemu su provedena mjerenja je marke *Instron Wilson-Wolpert Tukon 2100B*. Sila opterećenja bila je 50g (HV0,05), povećanje mikroskopa iznosilo je 400x, a trajanje opterećenja 10 s.

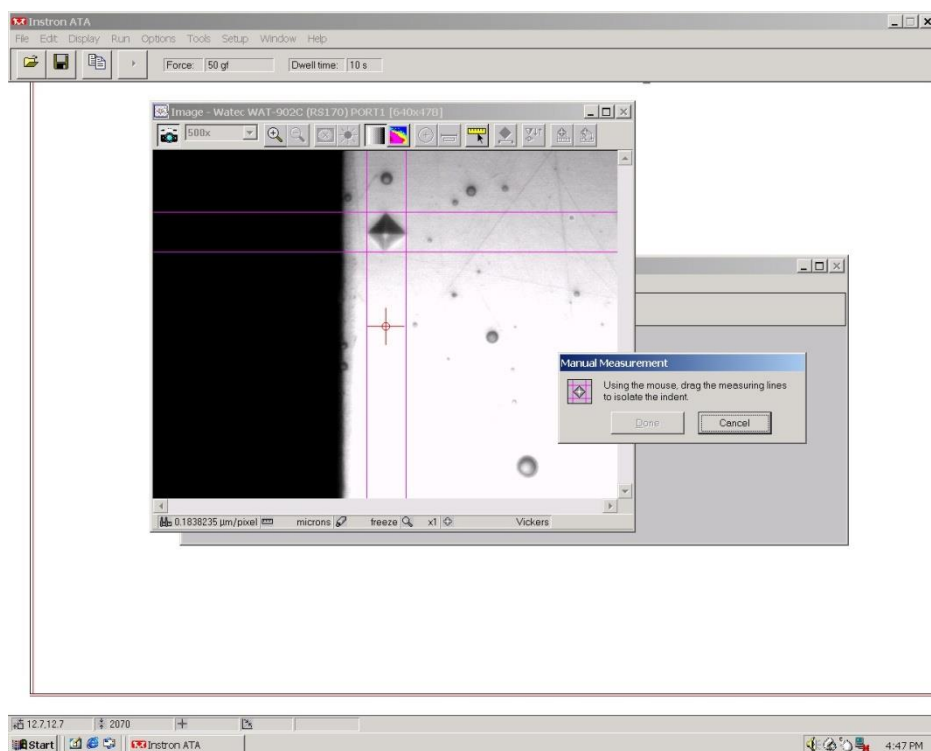
Na svakom uzorku su prvo urađena tri do pet otisaka u sredini kako bi se provjerila tvrdoća jezgre.

Zanimljiva je tvrdoća nitriranog sloja. U tu svrhu rađena su dva niza mjerenja od ruba prema jezgri, po jedan sa svake strane uzorka sve dok se ne bi došlo do prosječne tvrdoće jezgre. Razmak otisaka je 0,01 mm.

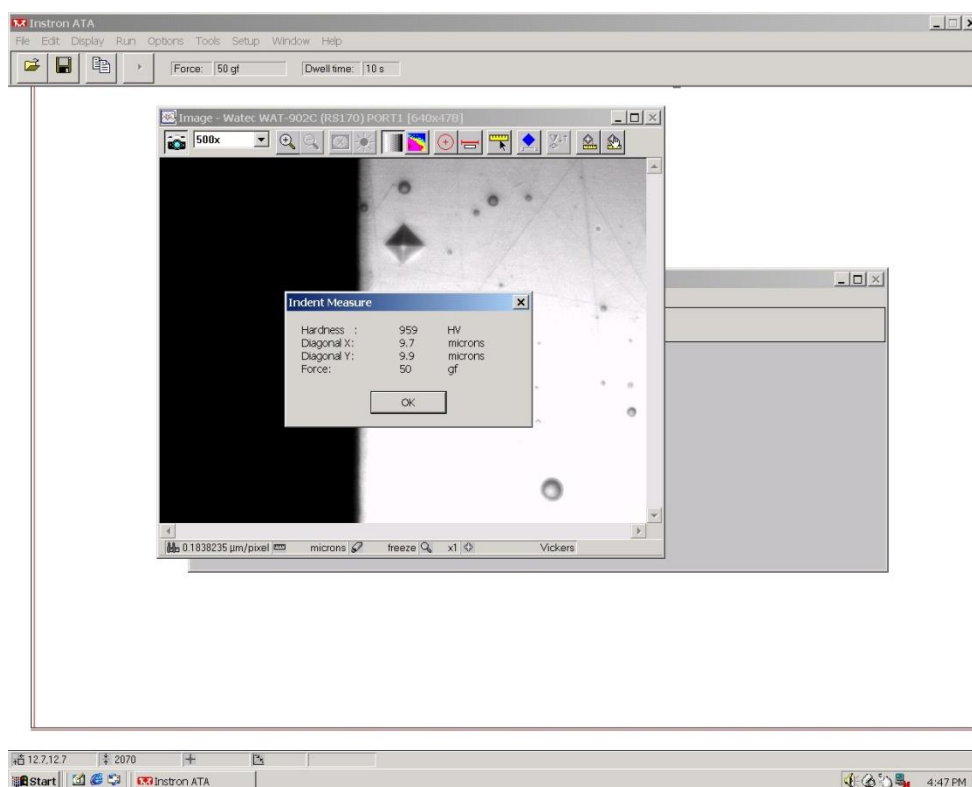
Mjerenje se provodi na monitoru uređaja a na osnovni tih podataka tvrdomjer izračunava tvrdoću, ali ipak dosta ovisi o oku mjeritelja (jer isti povlači mišem linije oko otiska koje računalo koristi u izračunu) pa je nužno da sva mjerenja provodi isti mjeritelj.



Slika 60. Jedan niz otisaka



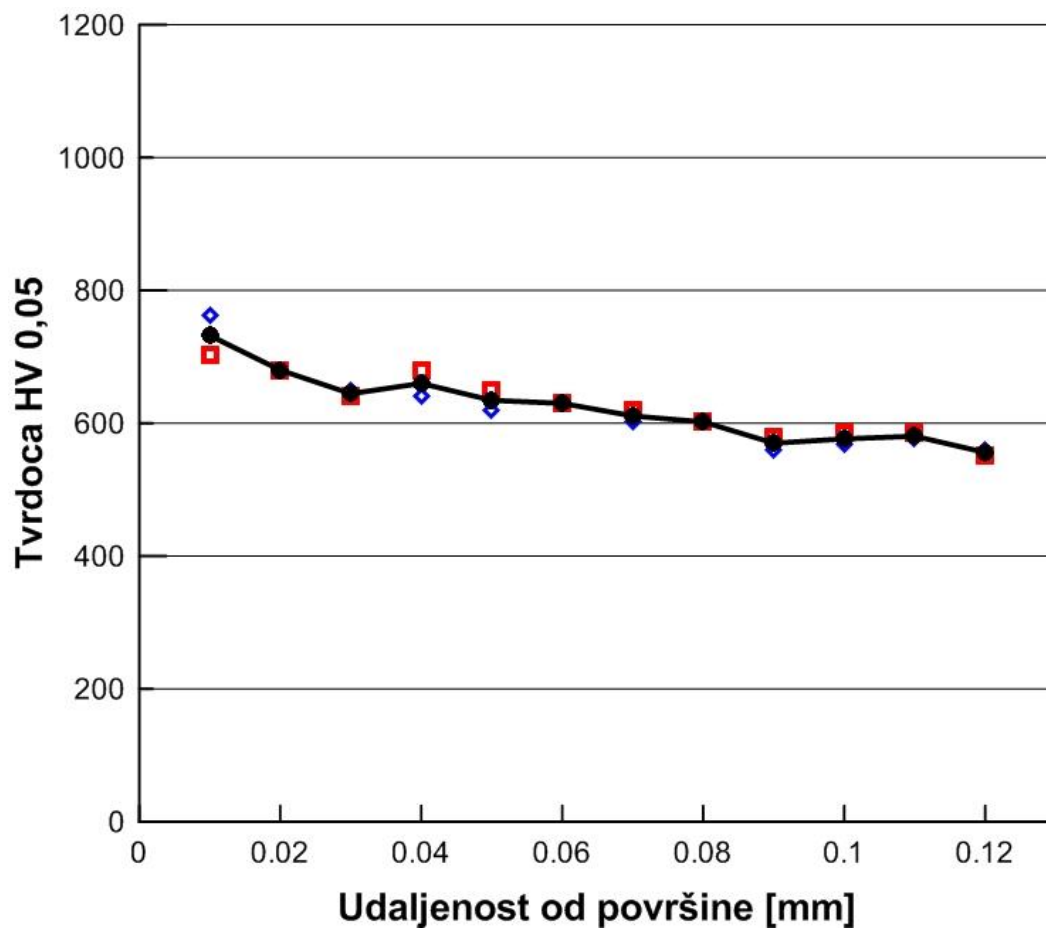
Slika 61. Uzimanje dimenzija otisku



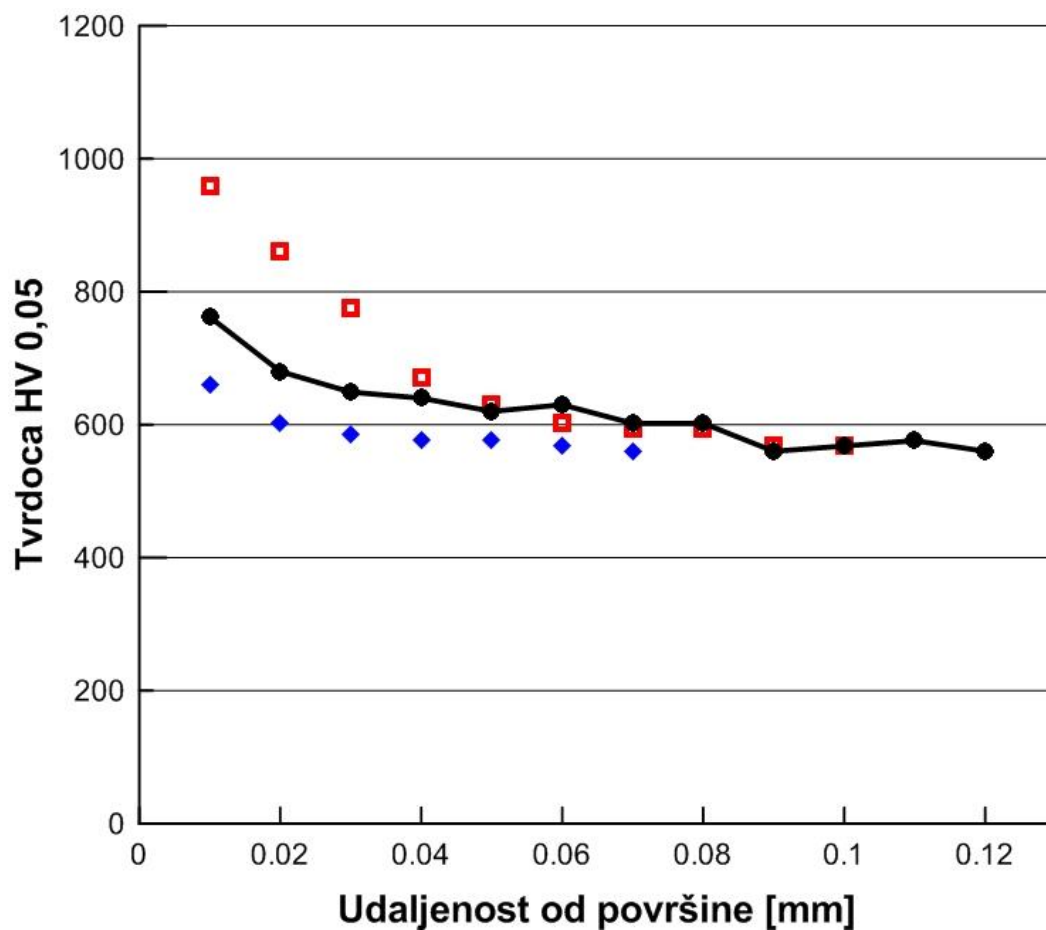
Slika 62. Izgled jednog završenog mjerenja

U prilogu su dani rezultati mjerenja za sve uzorke s udaljenošću od ruba i srednjom vrijednosti nizova. Vrijednosti mjerenja su veličine HV0,05.

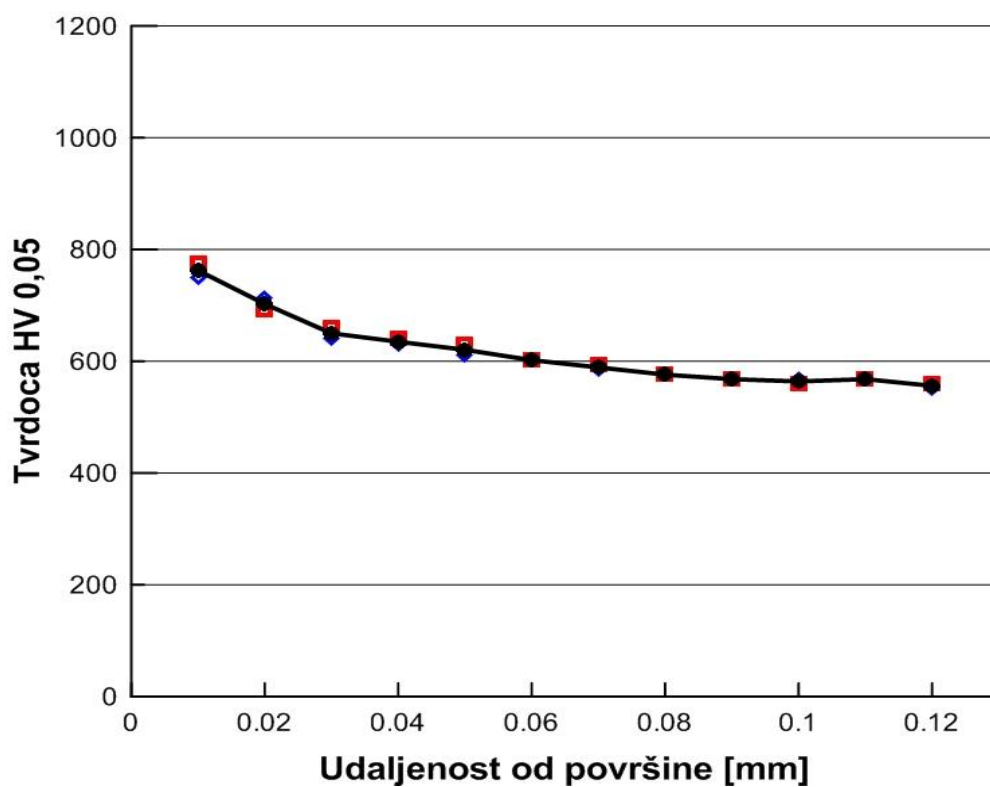
Iz rezultata mjerenja danih u prilogu konstruirani su grafički prikazi rasporeda mikrotvrdoće po poprečnom presjeku. Rezultati mjerenja prvog niza na uzorku označeni su crvenim točkama, a drugog plavim. Srednja vrijednost je linija između.



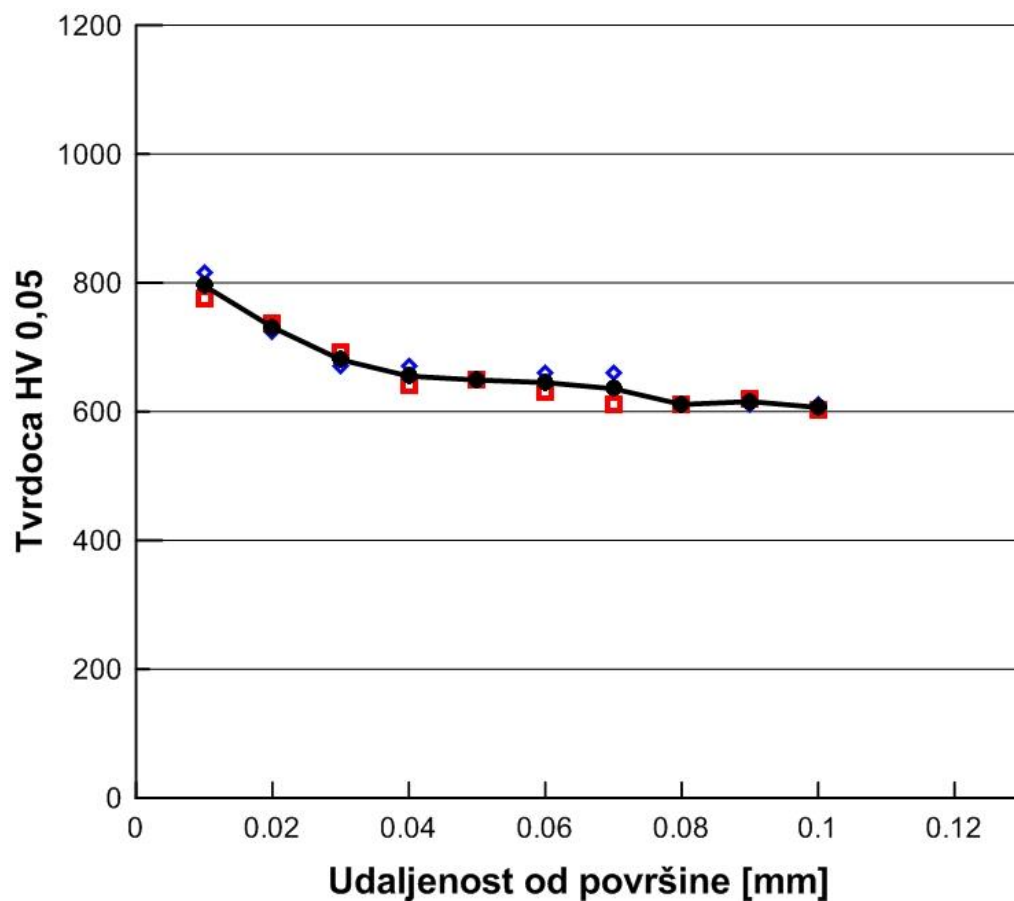
Slika 63. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka A1 (nitrirano)



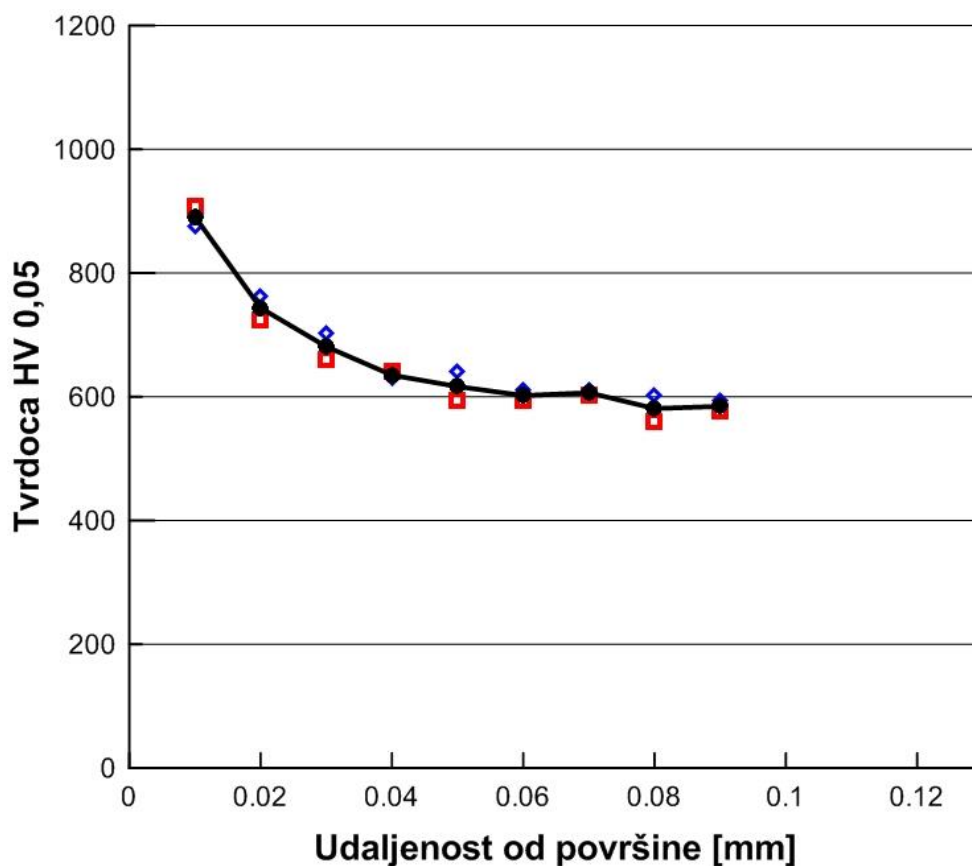
Slika 64. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka A2 (nitrirano + TiCN prevlaka)



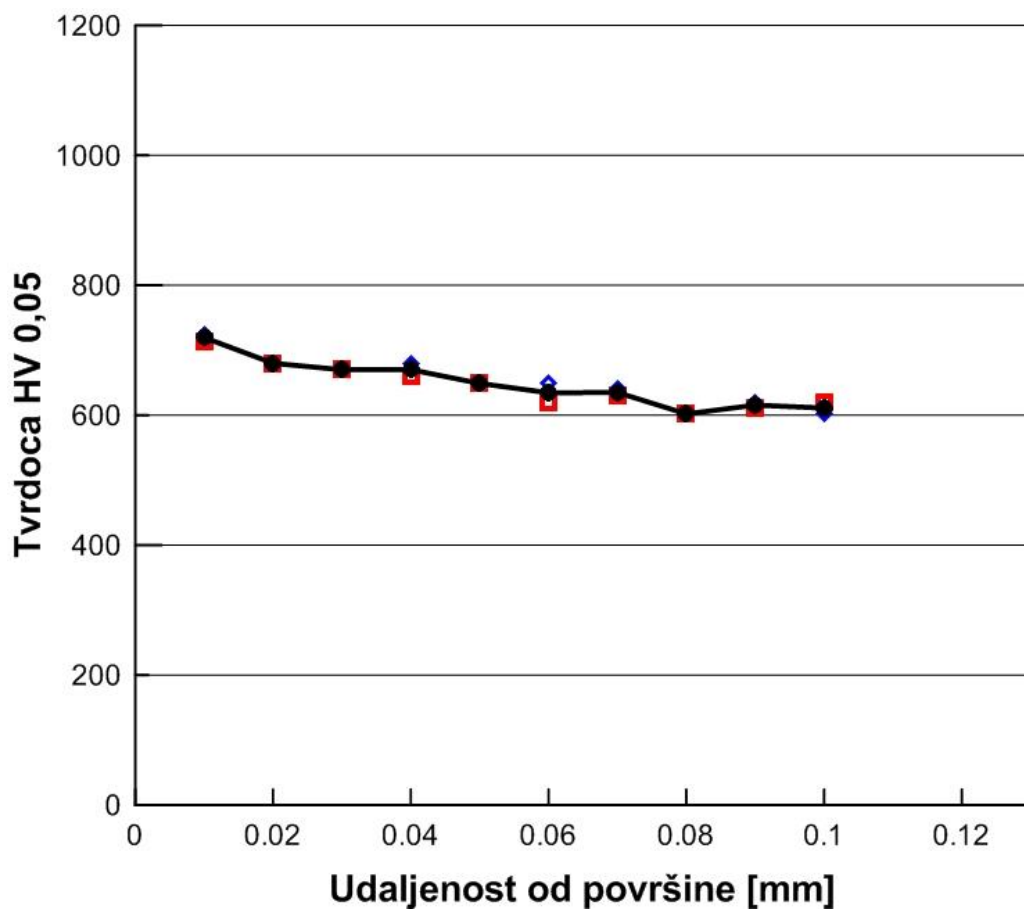
Slika 65. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka A3 (nitrirano + TiBN prevlaka)



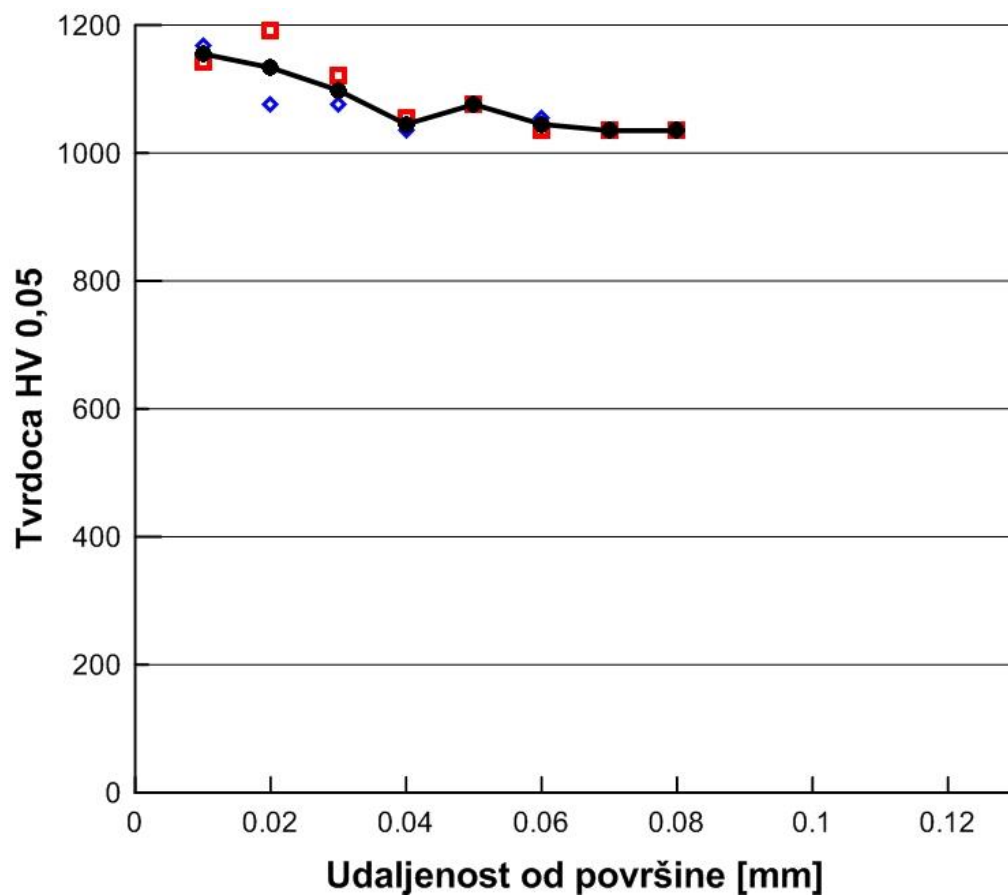
Slika 66. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka B1 (nitrirano)



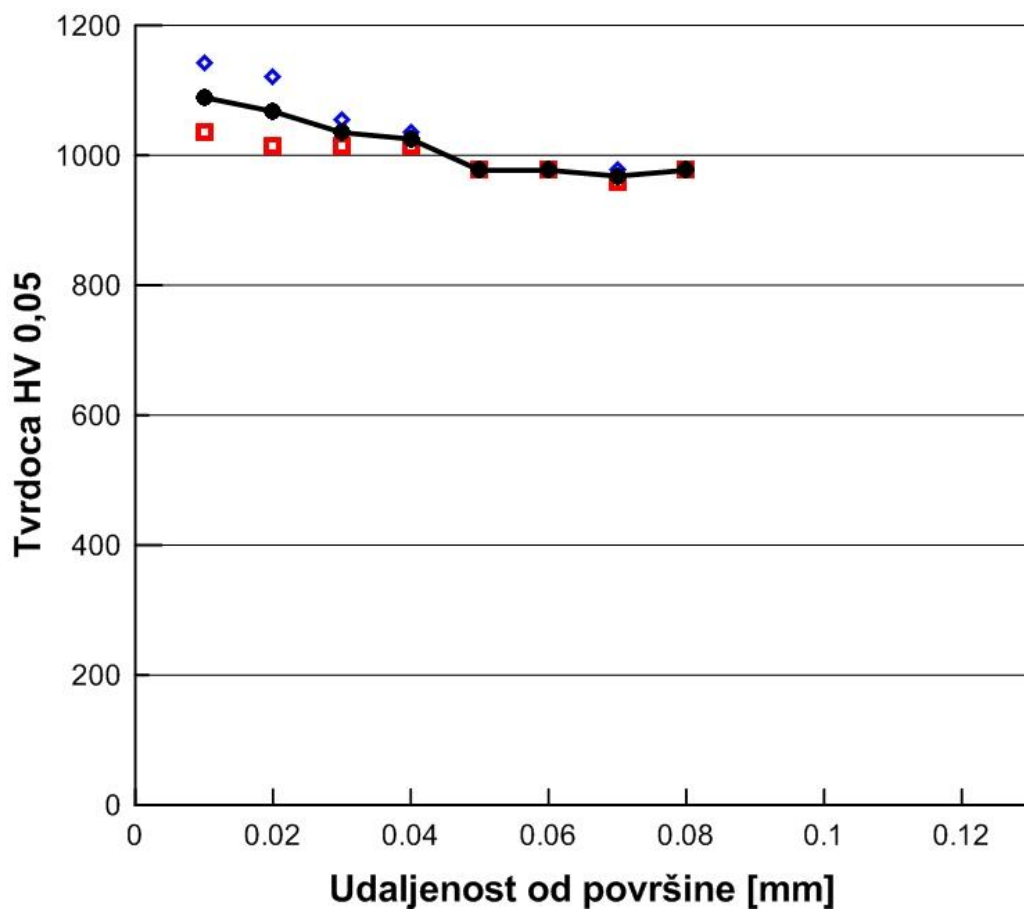
Slika 67. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka B2 (nitrirano + TiCN prevlaka)



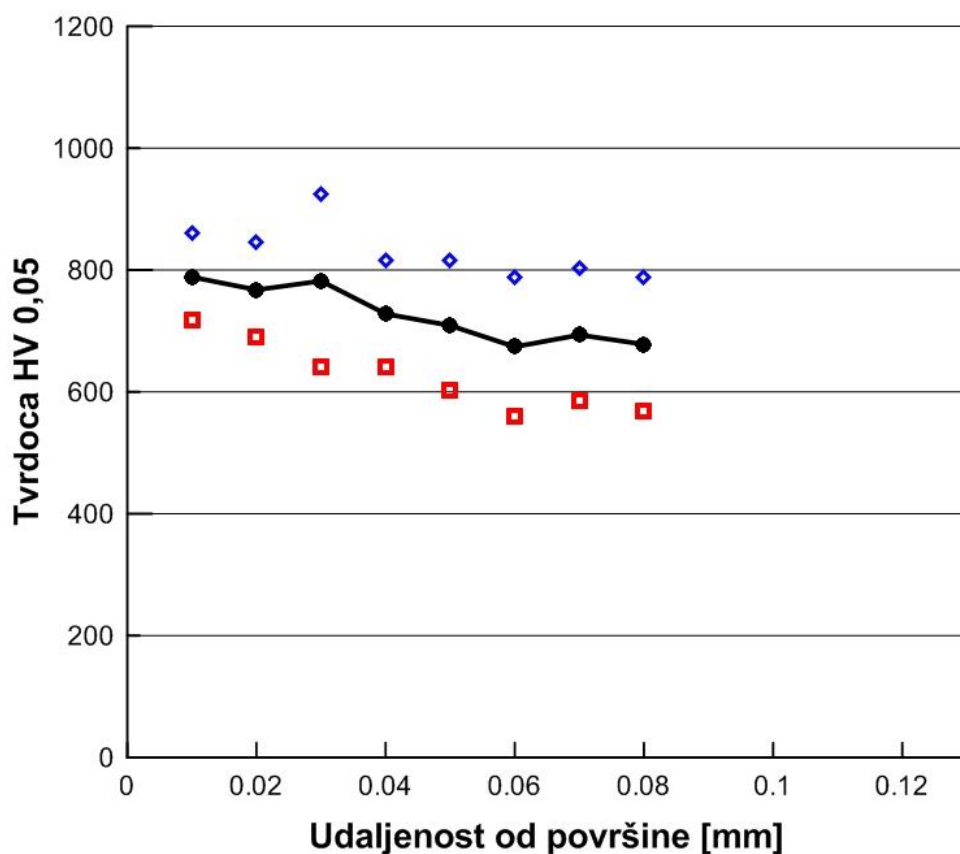
Slika 68. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka B3 (nitrirano + TiBN prevlaka)



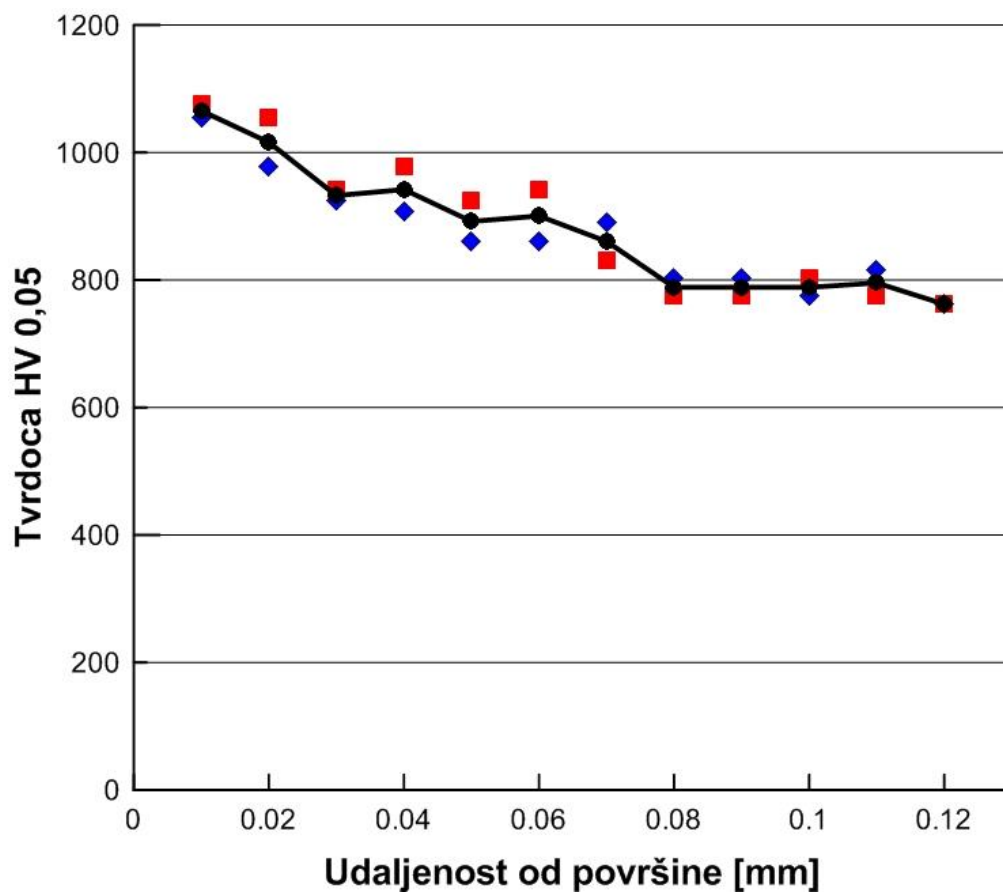
Slika 69. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka C2 (TiCN prevlaka)



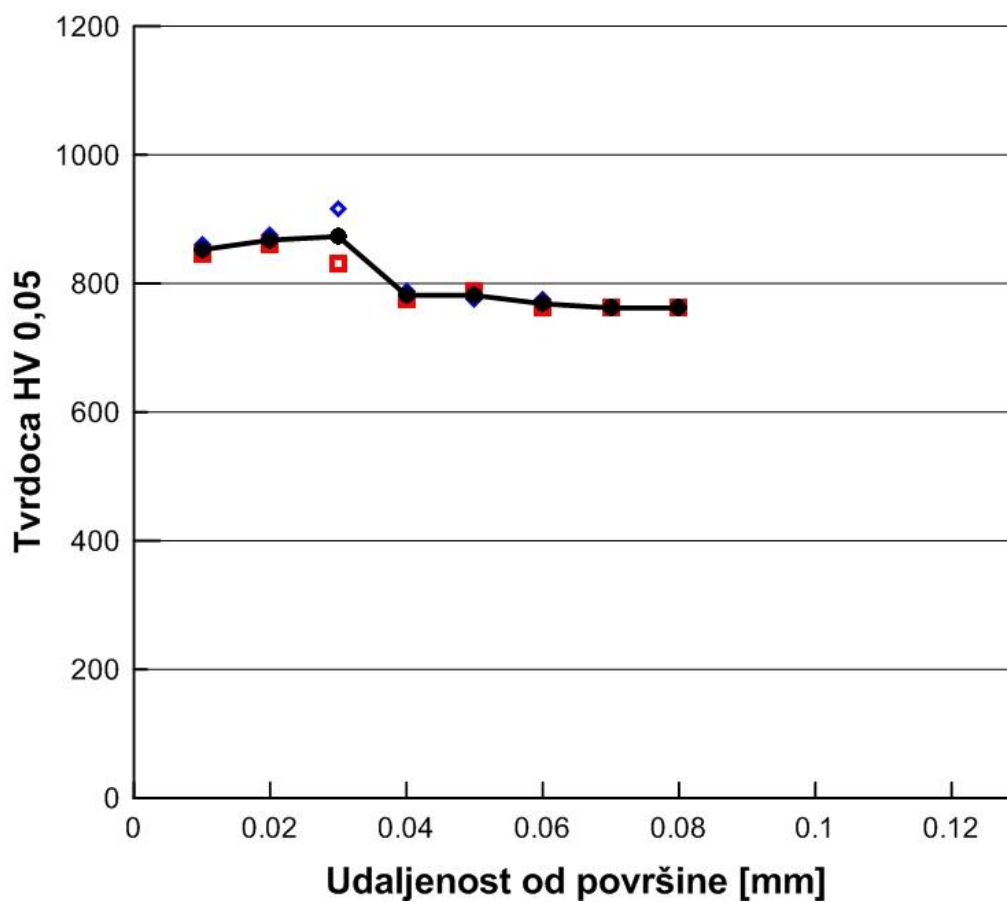
Slika 70. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka C3 (TiBN prevlaka)



Slika 71. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka D1 (nitrirano)



Slika 72. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka D2 (nitrirano + TiCN prevlaka)



Slika 73. Raspored mikrotvrdoće po poprečnom presjeku uzorka D3 (nitrirano + TiBN prevlaka)

Analiza mikrotvrdoće pokazala je da se plazmatskim nitriranjem postignut nitrirani sloj na svim nitriranim uzorcima. Nitrirani sloj je prosječne debljine 60 μm – 80 μm . To se zaključuje po padu tvrdoće od površine prema jezgri. Najtvrdi uzorci su čelici iz skupine C i to se može prepisati njihovom rasporedu i količini karbida uvjetovanom postupku praškaste metalurgije.

4. Zaključak

Iz analize utjecaja podloge na površinski sloj zaključeno je da je potrebno osigurati pravilnu osnovnu toplinsku obradu kako bi se postigla adekvatna svojstva osnovnog materijala i mehanička potpora prevlaci. Također potrebno je osigurati pravilne parametre pred-nitiranja kako bi se postigao dovoljno dubok nitrirani sloj bez zone spojeva te se tako osigurala prionjivost prevlake i pojačala njena mehanička svojstva. Sve to u svrhu postizanja zahtjevnih svojstava alatnog čelika.

Mikrostruktura ispitivanih čelika pokazala se pravilnom i homogenom uz ravnomjeran raspored karbida što osigurava tražena svojstva. Također, mikrostrukturna ispitivanja su pokazala postojanje difuzijske zone nitiranog sloja čime je osigurana adekvatna podloga za nanošenje prevlaka.

Nanešene prevlake su uniformne, dobre prionjivosti, prosječne debljine 3 - 4 μm .

Analizom mikrotvrdoće potvrđen je nastanak nitridnog sloja na uzorcima podvrgnutim plazmatskom nitiranju te je postignuta dubina nitiranog sloja u prosjeku 60 μm - 80 μm .

5. Literatura

1. Krumes, D.: "Toplinska obrada". Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod, 2000.
2. Matijević, B.: "Modificiranje i prevlačenje površinskih slojeva – Autorizirana predavanja 2014./2015", Fakultet Strojarstva i Brodogradnje, Zagreb, 2014.
3. Liščić, B., Stupnišek, M., Filetin, T., Cajner, F.: "Toplinska obrada praktikum", Fakultet Strojarstva i Brodogradnje, 1992.
4. Mittemeijer E. J. : 'Fundamentals of nitriding and nitrocarburizing', ASM Handbook
5. Mei Yang: "Nitriding - fundamentals, modelling and process optimization", Worchester Polytechnic institute
6. B. Podgornik, V. Leskovšek, F. Tehovnik, J. Burja: „Vacuum heat treatment optimization for improved load carrying capacity and wear properties of surface engineered hot work tool steel“, Institute of Metals and Technology, Ljubljana, Slovenija
7. B. Podgornik, V. Leskovšek, „The effect of heat treatment on the mechanical, tribological and load-carrying properties of PACVD-coated tool steel“, Institute of Metals and Technology, Ljubljana, Slovenija
8. M. Stoiber, J. Wagner, C. Mitterer, K. Gammer, H. Hutter, C. Lugmair, R. Kullmer: "Plasma-assisted pre-treatment for PACVD TiN coatings on tool steel, Materials Center Leoben, Leoben, Austria
9. Y. Hea, I. Apachiteia, J. Zhoua, T. Walstockb, J. Duszczuka: „The influence of the depth of a plasma nitrided layer in tool-steel substrate on the scratch-resistant properties of PACVD TiBN coating“, Delft University of Technology, Delft, The Netherlands
10. Franz, M.: "Mehanička svojstva materijala", Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 1998.
11. Kladarić, S., Rosandić, Ž., Marković, R.: "Određivanje tvrdoće na osnovi izmjerene mikrotvrdoće", Veleučilište u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Slavonski Brod
12. http://www.kind-co.de/en/pdf/downloads_prospekte/hp1_d.pdf, 05.08.2015.
13. http://www.uddeholm.com/files/PB_vidar_1_esr_english.pdf, 05.08.2015.
14. http://www.bohler.nl/dutch/files/downloads/Bohler_K390PM.pdf, 05.08.2015.
15. <http://www.bohler-edelstahl.com/files/K110DE.pdf>, 05.08.2015.
16. http://www.buehler.com/MSDS/US/TransOptic%20Powder_9101595.pdf, 06.08.2015.

17. http://www.struers.com/default.asp?top_id=5&main_id=19&sub_id=25&doc_id=89,
06.08.2015
18. http://www.testinginstrument.com/cgi-bin/images/001192_pdf.pdf, 06.08.2015

Prilog

6. Prilog

Prilog

Rezultati mjerenja mikrotvrdoće uzorka skupine A

Uzorak	A1		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	762	702	732
0.02	680	680	680
0.03	649	640	645
0.04	640	680	660
0.05	620	649	635
0.06	630	630	630
0.07	602	620	611
0.08	602	602	602
0.09	560	580	570
0.1	568	585	577
0.11	576	585	581
0.12	560	552	556

Uzorak	A2		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	959	660	810
0.02	860	602	731
0.03	775	585	680
0.04	670	576	623
0.05	630	576	603
0.06	602	568	585
0.07	593	560	577
0.08	593		
0.09	568		
0.1	568		

Uzorak	A3		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	775	750	763
0.02	691	714	703
0.03	660	640	650
0.04	640	630	635
0.05	630	611	621
0.06	602	602	602
0.07	593	585	589
0.08	576	576	576
0.09	568	568	568
0.1	560	568	564
0.11	568	568	568
0.12	560	552	556

Prilog

Rezultati mjerenja mikrotvrdoće uzorka skupine B

Uzorak	B1		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	775	816	796
0.02	737	725	731
0.03	691	670	681
0.04	640	670	655
0.05	649	649	649
0.06	630	660	645
0.07	611	660	636
0.08	611	611	611
0.09	620	611	616
0.1	602	611	607

Uzorak	B2		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	907	875	891
0.02	725	762	744
0.03	660	702	681
0.04	640	630	635
0.05	593	640	617
0.06	593	611	602
0.07	602	611	607
0.08	560	602	581
0.09	576	593	585

Uzorak	B3		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	714	725	720
0.02	680	680	680
0.03	670	670	670
0.04	660	680	670
0.05	649	649	649
0.06	620	649	635
0.07	630	640	635
0.08	602	602	602
0.09	611	620	616
0.1	620	602	611

Prilog

Rezultati mjerenja mikrotvrdoće uzorka skupine C

Uzorak	C2		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	1143	1167	1155
0.02	1191	1076	1134
0.03	1120	1076	1098
0.04	1055	1035	1045
0.05	1076	1076	1076
0.06	1035	1055	1045
0.07	1035	1035	1035
0.08	1035	1035	1035

Uzorak	C3		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	1035	1143	1089
0.02	1015	1120	1068
0.03	1015	1055	1035
0.04	1015	1035	1025
0.05	977	977	977
0.06	977	977	977
0.07	959	977	968
0.08	977	977	977

Prilog

Rezultati mjerenja mikrotvrdoće uzorka skupine D

Uzorak	D1		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	717	860	789
0.02	690	845	768
0.03	640	924	782
0.04	640	816	728
0.05	602	816	709
0.06	560	788	674
0.07	585	802	694
0.08	568	788	678

Uzorak	D2		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	1055	1076	1066
0.02	977	1055	1016
0.03	924	941	933
0.04	907	977	942
0.05	860	924	892
0.06	860	941	901
0.07	891	830	861
0.08	802	775	789
0.09	802	775	789
0.1	775	802	789
0.11	816	775	796
0.12	762	762	762

Uzorak	D3		
Udaljenost (mm)	Prvi niz	Drugi niz	Srednja
0.01	845	860	853
0.02	860	875	868
0.03	830	916	873
0.04	775	788	782
0.05	788	775	782
0.06	762	775	769
0.07	762	762	762
0.08	762	762	762